

Technische Universität Chemnitz
Institut für Physik
Lehrstuhl für Halbleiterphysik

Winkelaufgelöste Photoelektronenspektroskopie und Reflexionsanisotropiespektroskopie an kubischem Siliziumkarbid



von
cand. phys. Katrin Lindner

Diplomarbeit
zur Erlangung des akademischen Grades
Diplomphysiker

betreuender Hochschullehrer:
eingereicht am:

Prof. Dr. D. R. T. Zahn
15. Oktober 1997

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	3
1 Einleitung	5
1.1 Motivation	5
1.2 Aufgabenstellung	5
1.3 Gliederung der Arbeit	6
2 Das Material 3C-SiC(001)	7
2.1 Siliziumkarbid – Ein Halbleiter für die Zukunft	7
2.2 Oberflächenrekonstruktionen von 3C-SiC(001)	9
2.3 Strategien zur Oberflächenpräparation	13
2.4 Bisherige Untersuchungen an 3C-SiC(001) im Überblick	16
3 Experimentelle Methoden	18
3.1 Grundlagen der Oberflächenphysik	18
3.2 Informationstiefe der verwendeten Untersuchungsmethoden	18
3.3 Winkelaufgelöste UV - Photoelektronenspektroskopie (ARUPS)	20
3.3.1 Grundlagen der Photoemission	20
3.3.2 3-Stufen-Modell	22
3.3.3 Energieverhältnisse bei der Photoemission	25
3.3.4 Valenzbandspektroskopie	25
3.4 Reflexionsanisotropiespektroskopie (RAS)	26
3.4.1 Allgemeines zur RAS	26
3.4.2 Ursachen der Anisotropie	27
3.4.3 Meßgrößen der RAS	28
3.4.4 Komponenten des RAS-Aufbaus	29
3.4.5 Mathematische Beschreibung	30
3.5 Beugung langsamer Elektronen (LEED)	34
4 Experimenteller Aufbau und Durchführung	37
4.1 3C-SiC-Wafermaterialien	37
4.2 Präparation der Proben	38
4.2.1 Probenherstellung und Präparationsmethoden	38
4.2.2 Tempervverfahren	39
4.3 Das Oberflächenanalysesystem	40
4.3.1 Die Gesamtapparatur	40
4.3.2 ARUPS-System	40
4.3.3 RAS-Apparatur	42

4.3.4	LEED-System	45
4.4	Zur Auswertung der Meßdaten	46
4.4.1	ARUPS – Berechnung der Bandstruktur	46
4.4.2	RAS-Spektren	50
5	Ergebnisse und Diskussion	52
5.1	Einfluß der Präparationsmethode	52
5.1.1	Präparation mittels Elektronenstoßheizung	52
5.1.2	Präparation mittels direkter Heizung	55
5.2	ARUPS-Messungen an 3C-SiC(001)	58
5.2.1	(3x2)-Rekonstruktion	58
5.2.2	(2x1)-Rekonstruktion	63
5.2.3	c(2x2)-Rekonstruktion	67
5.3	RAS-Messungen an 3C-SiC(001)	69
5.3.1	RAS-Spektren der verschiedenen Rekonstruktionen	69
5.3.2	Langzeitstabilität der c(2x2)-Rekonstruktion	74
6	Zusammenfassung und Ausblick	78
A	Präparationsparameter beim Tempern im Si-Fluß	80
B	3C-SiC(001)-Wafer	81
C	Beschaltung der Si-Quelle	82

Verzeichnis der Abkürzungen

AES	Auger-Elektronen-Spektroskopie
ARPES	Winkelaufgelöste Photoelektronenspektroskopie
ARUPS	Winkelaufgelöste Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie
CVD	Chemische Gasphasenabscheidung
EELS, ELS	Elektronen-Energieverlustspektroskopie
LEED	Niederenergetische Elektronenbeugung
LPE	Flüssigphasenepitaxie
MBE	Molekularstrahlepitaxie
MEIS	Ionenstreuung bei mittlerer Energie
PBS	Projizierte Bandstruktur
RAS	Reflexionsanisotropiespektroskopie
RHEED	Hochenergetische Elektronenbeugung in Reflexion
SBZ	Oberflächenbrillouinzone
STM	Raster-Tunnel-Mikroskopie
SXPS	Photoelektronenspektroskopie mit weichen Röntgenstrahlen
UHV	Ultrahochvakuum
UPS	Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie
UV	Ultraviolett
XPS	Photoelektronenspektroskopie mit Röntgenstrahlen

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Motivation

In den vergangenen Jahren traten zunehmend breitbandige Halbleiter wie Siliziumkarbid (SiC), Diamant und Galliumnitrid (GaN) in den Blickpunkt von Forschung und Entwicklung. SiC bietet aufgrund seiner ausgezeichneten Eigenschaften breite Anwendungsmöglichkeiten vor allem unter Extrembedingungen. So kann es in der Hochfrequenz-, der Hochspannungs- und der Hochtemperaturelektronik eingesetzt werden. Desweiteren lassen sich auf der Basis von SiC optische Bauelemente wie blaue Leuchtdioden, Solarzellen und UV-Detektoren herstellen. Um geeignete Technologien für die Herstellung solcher Bauelemente bereitstellen zu können, ist es erforderlich, die Materialeigenschaften detailliert zu untersuchen. Daraus können die Parameter für den Bearbeitungsprozeß abgeleitet werden, die die reproduzierbare Herstellung ermöglichen. Bei den heutzutage immer kleiner werdenden Strukturen der elektronischen Bauelemente kommt der Oberfläche eine wachsende Bedeutung zu. Deshalb ist die Kenntnis der Oberflächenstruktur und deren elektronischer Eigenschaften von großer Wichtigkeit. Mit speziellen oberflächenempfindlichen Charakterisierungsmethoden wie zum Beispiel ARPES, STM, LEED und RAS können gezielt Informationen über den mikroskopischen Aufbau und die elektronischen Zustände an der Oberfläche erlangt werden.

1.2 Aufgabenstellung

Ziel dieser Arbeit war es, verschiedene Oberflächenrekonstruktionen des kubischen Polytypes von Siliziumkarbid (3C-SiC) zu untersuchen. Dabei sollten in erster Linie Informationen über die elektronische Struktur der einzelnen Oberflächen und die Unterschiede zwischen ihnen gewonnen werden. Dazu war es nötig, diese Oberflächenrekonstruktionen gezielt durch geeignete Wahl der Substrattemperatur und des Si-Flusses zu präparieren. Nach der Präparation konnte die Oberflächenstruktur mittels LEED kontrolliert werden. Als Untersuchungsmethoden wurden die Winkelaufgelöste UV-Photoelektronenspektroskopie (ARUPS) und die Reflexionsanisotropiespektroskopie (RAS) verwendet. Die aus den Messungen bestimmten Ergebnisse sollten anschließend mit den aus der Literatur bekannten Daten verglichen werden. Die Bearbeitung des Themas beinhaltete ebenso umfangreiche Umbauarbeiten der RAS-Komponenten und die Anpassung der RAS-Apparatur an die ARUPS-Kammer mit den dazu notwendigen Justagemessungen.

1.3 Gliederung der Arbeit

Im Kapitel 2 werden die grundlegenden Eigenschaften des untersuchten kubischen Siliziumkarbids (3C-SiC) beschrieben. Die Betonung wird dabei auf die (001)-Oberfläche, deren mögliche Oberflächenrekonstruktionen und die Präparation dieser Rekonstruktionen gelegt. Die jeweiligen Strukturmodelle bilden die Basis für das Verständnis der Oberflächenbrillouinzonen der einzelnen Oberflächenrekonstruktionen. Das nachfolgende Kapitel 3 befaßt sich mit den Grundlagen der Winkelaufgelösten UV-Photoelektronenspektroskopie (ARUPS) und der Reflexionsanisotropiespektroskopie (RAS). Ergänzend enthält es wichtige Details zur Informationstiefe der beiden Untersuchungsmethoden.

Kapitel 4 beinhaltet alle wesentlichen Fakten zum Experiment wie die verwendeten Proben, deren Präparation und den experimentellen Aufbau von ARUPS und RAS. Weiterhin sind in diesem Kapitel grundlegende Informationen zur Auswertung der Meßergebnisse enthalten. Im abschließenden Kapitel 5 werden alle Ergebnisse der Messungen präsentiert. Gleichzeitig werden die ARUPS- und die RAS-Spektren in Abhängigkeit von der jeweiligen Oberflächenrekonstruktion des 3C-SiC(001) diskutiert und mit Literaturdaten verglichen. Auf den Einfluß der verwendeten Präparationsverfahren wird ebenfalls eingegangen.

Kapitel 2

Das Material 3C-SiC(001)

2.1 Siliziumkarbid – Ein Halbleiter für die Zukunft

SiC ist die einzige stabile Verbindung von Silizium und Kohlenstoff. Schon im Jahre 1824 veröffentlichte Jöns Jakob Berzelius seine Theorie über eine mögliche Bindung zwischen den Elementen Silizium und Kohlenstoff [1]. 1891 verschmolz Eugene G. Acheson Kohlenstoff und Aluminiumsilikate und erhielt dabei blaue Kristalle. Er vermutete in den Kristallen eine Verbindung aus Kohlenstoff und Aluminium. Deshalb nannte er diese Verbindung Carborundum. Kurze Zeit später konnte gezeigt werden, daß es sich um SiC handelte [1]. Heute hat sich der Name Carborundum weltweit als Synonym für Siliziumkarbid eingebürgert.

SiC zeichnet sich durch besondere Eigenschaften aus, die es für potentielle Anwendungen (Kapitel 1) interessant machen. Dazu zählen seine hohe Härte und seine physikalische Stabilität und chemische Stabilität. Desweiteren besitzt SiC eine hohe Wärmeleitfähigkeit, eine hohe Sättigungsdriftgeschwindigkeit und eine hohe Durchbruchfeldstärke (Tabelle 2.1 [2]). SiC kann demzufolge breite Anwendung in Hochleistungs- und Hochfrequenzgeräten

Eigenschaft	Si	GaAs	GaP	β -SiC (6H-SiC)	Diamant
Bandlücke (eV)	1.1	1.4	2.3	2.2	5.5
Maximale Operations- temperatur (°C)	300	460	925	873 (1240)	-
Schmelzpunkt (°C)	1420	1238	1470	sublimiert >1800	Phasenübergang
Durchbruchfeldstärke (10^6 V/cm)	0.3	0.4	-	4	10
Thermische Leitfähigkeit (W/cm-°C)	1.5	0.5	0.8	5	20
Sättigungsdriftgeschwindig- keit (10^7 cm/s)	1	2	-	2.5	2.7

Tabelle 2.1: Vergleich verschiedener Halbleiter [2]

sowie in Hochtemperatur-, korrosiven und stark strahlenbelasteten Umgebungen finden.

Die Bindung zwischen Si und C ist zu 88% kovalent und zu 12% ionisch. Es liegen sp^3 -Bindungen vor, die Tetraeder aufspannen. SiC ist aus dicht gepackten Stapeln von Doppelschichten aus Silizium und Kohlenstoff aufgebaut. Diese werden im allgemeinen mit großen Buchstaben (A, B und C) gekennzeichnet. Dabei existieren drei prinzipielle Möglichkeiten der Stapelung für solche Doppelschichten. Sie ergeben sich aus der relativen Lage einer Doppelschicht bezüglich der darunterliegenden. Zwei Doppelschichten können entweder deckungsgleich (A) oder in zwei verschiedenen Lückenpositionen (B oder C) zueinander angeordnet sein. Diese Möglichkeiten sind in Abb. 2.1 verdeutlicht. Durch eine

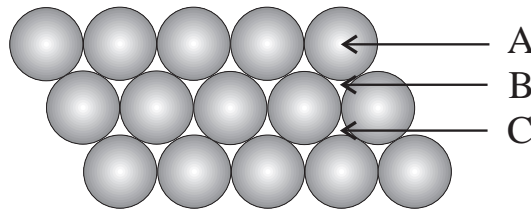


Abbildung 2.1: Anordnungsmöglichkeiten der Si-C-Doppelschichten relativ zueinander (Draufsicht): A – deckungsgleich, B und C – Lückenposition

Veränderung der Stapelfolge von A, B und C entlang einer prinzipiellen Stapelrichtung kann eine Vielzahl von Strukturen erzeugt werden. Diese Eigenschaft von SiC wird als Polytypismus bezeichnet. Bisher sind für SiC mehr als 200 verschiedene Polytypen bekannt. Für die einzelnen Polytypen existieren verschiedene Notationen. Das kubische SiC wird β -SiC genannt, zum α -SiC zählen alle übrigen Polytypen. Zur detaillierten Unterscheidung wird im allgemeinen die Ramsdell-Notation verwendet. Diese besteht aus einer Zahl, die die Anzahl der Doppelschichten in einer Wiederholsequenz angibt, und einem Buchstaben, der für die Gitterstruktur steht. Folglich steht 3C für SiC mit einer Wiederholsequenz aus 3 Doppelschichten und kubischer Kristallstruktur. Abbildung 2.2 zeigt die Anordnung der Doppelschichten am Beispiel des 3C-SiC mit der Stapelfolge ABCABC und des 6H-SiC mit der Stapelfolge ABCACBABCACB [3].

Im letzten Jahrzehnt wurden große Anstrengungen unternommen, um qualitativ hochwertige und großflächige einkristalline SiC-Wafer mit geringer Defektdichte für die Anwendung in elektronischen Bauelementen herzustellen. Das Wachstum von kristallinem SiC basiert auf dem modifizierten Lely-Verfahren. Dabei handelt es sich um ein Sublimationsverfahren in einem Wachstumsreaktor, bei welchem auf einem Wirtskristall der primäre Nukleationsprozeß gestartet und über den Wirtskristall der Polytyp und die Orientierung des SiC definiert wird. Zahlreiche Schichtwachstumsmethoden wurden auf verschiedenen Substraten getestet. Zu diesen Verfahren zählen:

- Chemische Gasphasenepitaxie (CVD)
- Molekularstrahlepitaxie (MBE)
- Flüssigphasenepitaxie (LPE)

Häufigste Anwendung fanden CVD-Techniken, die entweder bei Atmosphärendruck oder bei niedrigem Druck ($p \approx 1$ Torr) durchgeführt wurden. Als Substratmaterialien

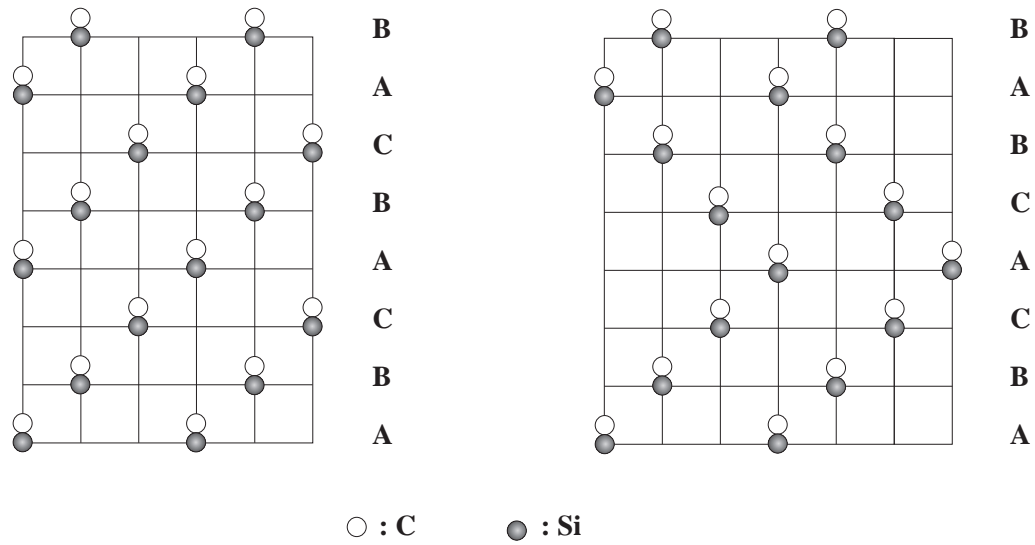


Abbildung 2.2: Anordnung der Atome im 3C-SiC und im 6H-SiC (Seitenansicht) [3]

standen zuerst kleine, unregelmäßig geformte SiC-Substrate, die nach dem Lely- oder dem Acheson-Verfahren hergestellt worden waren, zur Verfügung. Später wurden kommerziell erhältliche Si-Wafer benutzt. Allerdings hatte das auf Si gewachsene SiC noch eine Vielzahl an Defekten wie Antiphasengrenzen (APBs), Anpassungsfehler und Schraubenversetzungen. Dies führte in der Anwendung zu Leckströmen durch pn-Übergänge. Die Anpassungsfehler stammen von den unterschiedlichen Gitterkonstanten von Si ($g_{\text{Si}}=0,357 \text{ nm}$) und SiC ($g_{\text{3C-SiC}}=0,357 \text{ nm}$). Die Gitterfehlanpassung beträgt somit rund 20%. Außerdem wurde TiC als Substrat verwendet. Als Quellen für Silizium und Kohlenstoff standen ebenfalls verschiedene Substanzen zur Verfügung. Si und C können sowohl aus mehreren Quellen (multiple-source precursor) oder aus einer Quelle (single-source precursor) angeboten werden. Dabei dienten Silan (SiH_4) als Si-Lieferant und Propan (C_3H_8), seltener Methan (CH_4) und Ethen (C_2H_2) als C-Lieferanten. Zusätzlich wurde in den Reaktor in den meisten Fällen hochreines H_2 als Trägergas eingelassen [4].

2.2 Oberflächenrekonstruktionen von 3C-SiC(001)

Die Oberfläche von kubischem SiC kann sich in Abhängigkeit von der Präparationsmethode (Kapitel 2.3) in verschiedenen Rekonstruktionen anordnen. Reproduzierbare Ergebnisse lassen sich vor allem durch Heizen der Probe bei gleichzeitigem Aufdampfen von Silizium erreichen. Die einzelnen Rekonstruktionen unterscheiden sich durch den Grad der Si-Bedeckung der obersten Lagen der Probe. Jede besitzt eine andere Zusammensetzung und eine spezifische Flächeneinheit. Die beobachteten 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen lauten mit abnehmender Si-Bedeckung (3×2) , (5×2) , (7×2) , $c(4 \times 2)$, (2×1) , $c(2 \times 2)$ und (1×1) . Die beiden Rekonstruktionen (5×2) und (7×2) wurden einzig von S. Hara gefunden [5, 6]. Die Rekonstruktionen bilden sich infolge der Energieminimierung der SiC-Oberflächen aus. Der wichtigste Prozess ist die Absättigung der freien Oberflächenbindungen durch die Bildung von Dimerpaaren. Dabei werden benachbarte Atome gegeneinander verschoben, um die Überlappung der ungepaarten Elektronen zu vergrößern. Dadurch erhält die Flächeneinheit eine weitere Dimension. Die 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen gestalten

sich durch das Vorhandensein unterscheidbarer Oberflächendomänen noch komplizierter. Im kubischen SiC rotieren die freien Oberflächenbindungen mit jeder einzelnen Lage (Si bzw. C) um 90 Grad. Da jede reale, flache Oberfläche aus Gebieten besteht, die sich durch eine Lage unterscheiden, bildet sich auf den Oberflächen ein Mosaik der beiden Domänen aus. Abbildung 2.3 zeigt die typischen LEED-Bilder für die wichtigsten Rekonstruktionen des 3C-SiC(001) [16]. Auch in den LEED-Bildern spiegelt sich die Domänenstruktur wider.

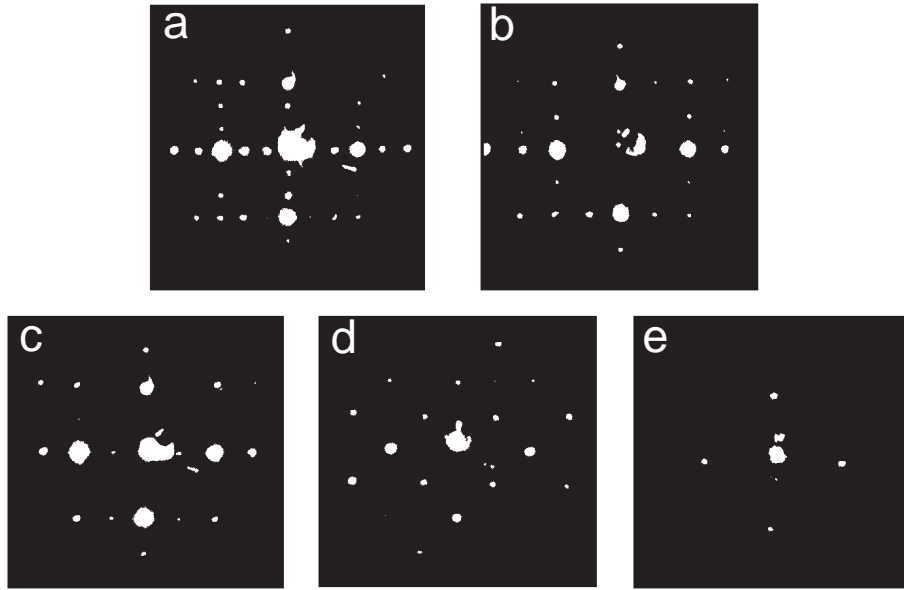


Abbildung 2.3: LEED-Bilder der Rekonstruktionen des 3C-SiC(001), aufgenommen bei Raumtemperatur, Primärenergie 90eV. a - (3x2), b - c(4x2), c - (2x1), d - c(2x2), e - (1x1) [16]

Die Strukturmodelle für die einzelnen Rekonstruktionen können sowohl auf experimentellen Wege als auch aus theoretischen Berechnungen gewonnen werden. Strukturmodelle wurden von M. Dayan [7] aus LEED-, AES- und EELS-Untersuchungen und von S. Hara et al. [6] anhand von STM-Aufnahmen aufgestellt. Powers et al. führten eine LEED-Intensitäts-Spannungs-Analyse [8, 9] durch und werteten diese mit der automatischen Tensor-LEED-Methode aus. Weitere Strukturmodelle stammen aus Berechnungen mittels Dichtefunktionaltheorie unter Nutzung der lokalen Dichtenäherung mit spezifischen Ansätzen für Austausch- und Wechselwirkungspotentiale. Solche Kalkulationen wurden von M. Sabisch et al. [10] und P. Käckel et al. [11] durchgeführt. Hong Yan et al. nutzte sowohl die Dichtefunktionaltheorie im Car-Parrinello-Schema [12] als auch empirische Tersoffpotentiale [13]. Im folgenden werden die Strukturmodelle für die (2x1)-, (3x2)- und c(2x2)-Rekonstruktionen genauer erläutert.

Die (2x1)-Rekonstruktion kommt der idealen, mit einer vollständigen Monolage Si terminierten 3C-SiC(001)-Oberfläche am nächsten. Abbildung 2.4 zeigt das Strukturmodell für die (2x1)-Oberflächenrekonstruktion. Die Si-Atome der obersten Lage besitzen jeweils zwei freie Bindungen. Deshalb bildet sich eine Anordnung aus Si-Dimeren. Eine

Bindung pro Atom bleibt frei. Mehrere Autoren vertreten die Auffassung, daß es sich um geneigte Dimere (buckled dimer) handelt [8, 14, 13]. Diese Neigung soll durch einen geringen Ladungstransfer innerhalb der Dimere hervorgerufen werden. Nach theoretischen Berechnungen von M. Sabisch et al. [10] und S.P. Mehandru et al. [15] bilden sich symmetrische Dimere. Der einzige Beweis für das Vorhandensein von geneigten Dimeren ist die Beobachtung der $c(4\times 2)$ -Rekonstruktion. Diese ist wie die (2×1) -Rekonstruktion mit einer Monolage Si bedeckt. Bei der $c(4\times 2)$ -Rekonstruktion richten sich die Dimere antiparallel aus, es ergibt sich eine antiferromagnetische Ordnung. Diese Ordnung tritt nur bei genügend tiefen Temperaturen und geringer Oberflächenrauigkeit auf und wenn keine Adsorption von Gasen stattfindet. Sonst ist die Dimer-Dipol-Ordnung gestört und die (2×1) -Rekonstruktion entsteht erneut.

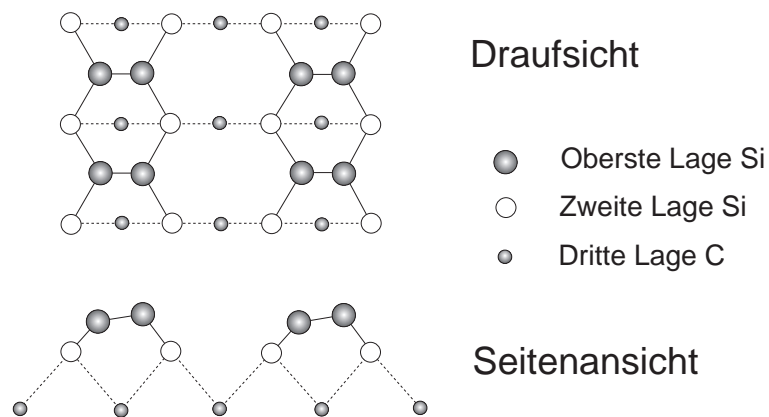


Abbildung 2.4: Strukturmodell für die (2×1) -Rekonstruktion von 3C-SiC(001)

Die (3×2) -Rekonstruktion geht durch Hinzufügen von weniger als einer Monolage Si auf die Si-terminierte Oberfläche der (2×1) - bzw. $c(4\times 2)$ -Rekonstruktion hervor. Über das Strukturmodell herrscht bisher wenig Einigkeit. M. Dayan [7] hat das „Missing dimer model“ (Abbildung 2.5) vorgeschlagen. Dabei kommen zwei Reihen Si-Atome auf drei Reihen Si-Atome der zweiten Lage. Es entsteht eine zusätzliche Bedeckung von $2/3$ Monolagen Si. R. Kaplan [16] unterstützt dieses Modell infolge seiner AES-, LEED- und

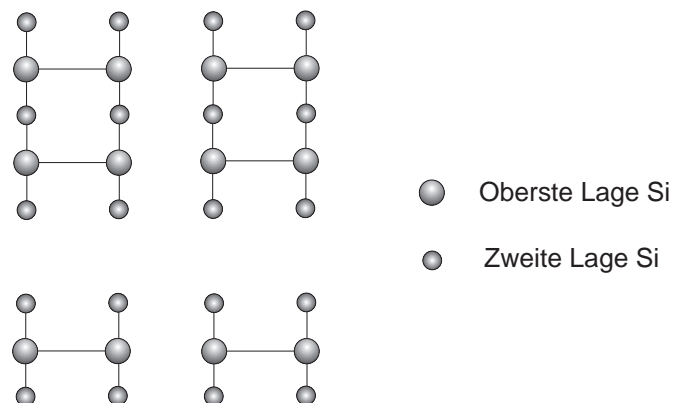


Abbildung 2.5: „Missing dimer model“ für die (3×2) -Rekonstruktion von 3C-SiC(001)

ELS-Untersuchungen. Aus streifigen LEED-Bildern schlußfolgert er, daß die Dimere asymmetrischer Natur sind. Dabei bevorzugt er eine reihenweise antiferromagnetische Ordnung der Dimervektoren gegenüber der ferromagnetischen Ordnung. S. Hara [6] befürwortet auf der Basis seiner STM-Bilder ebenfalls dieses Strukturmodell. Jedoch hat er auch in einer früheren Arbeit [5] ein weiteres Modell, das „Additional dimer model“ (Abbildung 2.6 a), welches ebenso von T. Yoshinobu [34] aufgrund von RHEED-Untersuchungen unterstützt wird, entworfen. In diesem befindet sich nur eine 1/3 Monolage Si auf der Si-terminierten Oberfläche. Die Dimere sollen geneigt sein.

H. Yan [12, 13] führte zur (3x2)-Rekonstruktion theoretische Berechnungen durch. Er untersuchte das „Additional dimer model“ und schlug noch das „Alternate dimer row model“ (Abbildung 2.6 b) vor. Auch letztgenanntes besitzt 1/3 Monolage Si in der obersten Lage. Nach den Rechnungen soll es deutlich stabiler als das „Additional dimer model“ sein. Im Gegensatz zu den beiden erstgenannten Modellen müssen keine Dimerbindungen der Sublage aufgebrochen werden. Er erhält für das „Additional dimer model“ symmetrische Dimere und für das „Alternate dimer row model“ stark asymmetrische Dimere. Gleichzeitig verwirft er das „Missing dimer model“ aufgrund von Symmetriebetrachtungen mit der (5x2)-Rekonstruktion.

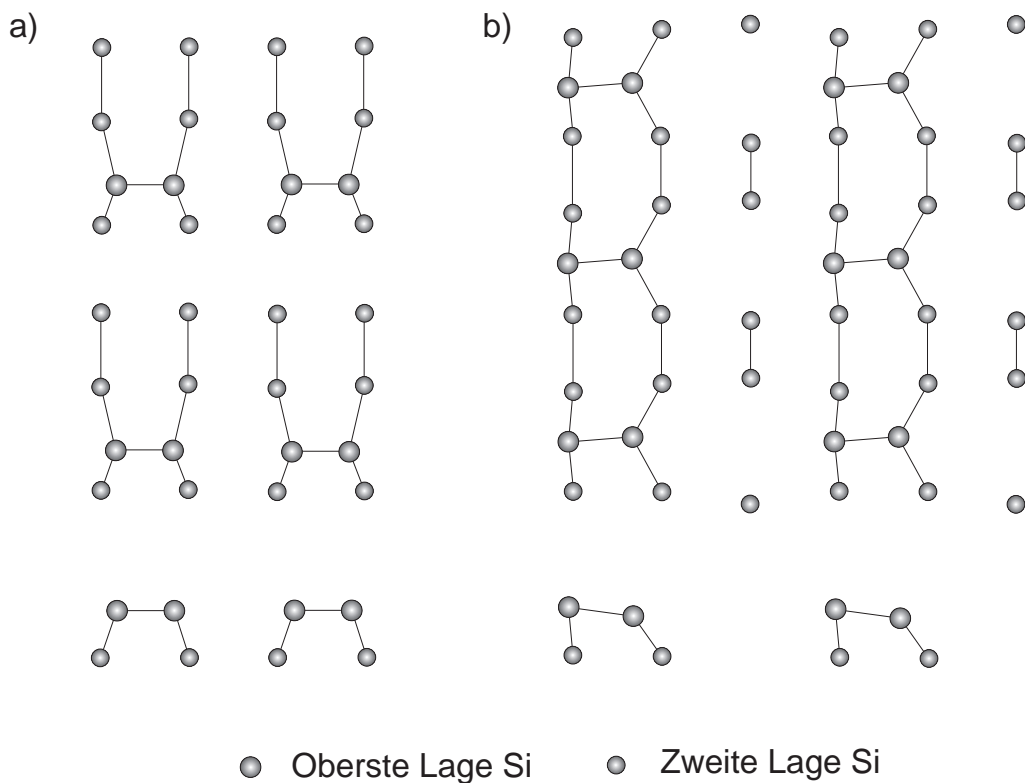


Abbildung 2.6: (a) „Additional dimer model“, (b) „Alternate dimer row model“ für die (3x2)-Rekonstruktion von 3C-SiC(001)

Auch die c(2x2)-Rekonstruktion wird noch kontrovers diskutiert. Zur Beschreibung werden zwei prinzipielle Modelle betrachtet, zum einen ein Modell mit versetzten C-Dimeren und zum anderen ein Modell mit C₂-Gruppen auf Si-Brückenpositionen. Bei beiden Modellen ist die Oberfläche mit einer vollständigen Monolage C bedeckt. Die C-Atome bilden Paare aus, die versetzt angeordnet sind. Das Modell mit versetzten C-Dimeren (Ab-

bildung 2.7 a) wurde erstmals von V.M. Bermudez und R. Kaplan [17] vorgestellt. Es ist der Dimerreihenkonfiguration der (2x1)-Rekonstruktion ähnlich. Nach theoretischen Berechnungen bilden sich symmetrische C-Dimere mit Doppelbindungen aus [10, 11]. Die beiden darunterliegenden Lagen (Si, C) erfahren eine leichte Verschiebung in vertikaler Richtung. Das Modell mit den C₂-Gruppen auf Si-Brückenpositionen (Abbildung 2.7 b) geht auf J.M. Powers et al. [9] und P. Badziag [18] zurück. Nach M. Sabisch et al. [10] und P. Käckel et al. [11] formen sich symmetrische Dimere, die wahrscheinlich durch Dreifachbindung verbunden sind. Die Si-Atome der unter der C-Deckschicht liegenden Lage sollen sich unterschiedlich in Abhängigkeit von der Präparationsmethode verhalten. Diese Si-Atome besitzen jeweils eine freie Bindung. Erfolgt die Präparation nur durch Si-Sublimation, wird eine reine Oberfläche erzeugt und es bilden sich schwache Si-Dimere. Bei der Präparation mit C₂H₄ werden die freien Si-Bindungen durch H abgesättigt und es entstehen keine Si-Dimere.

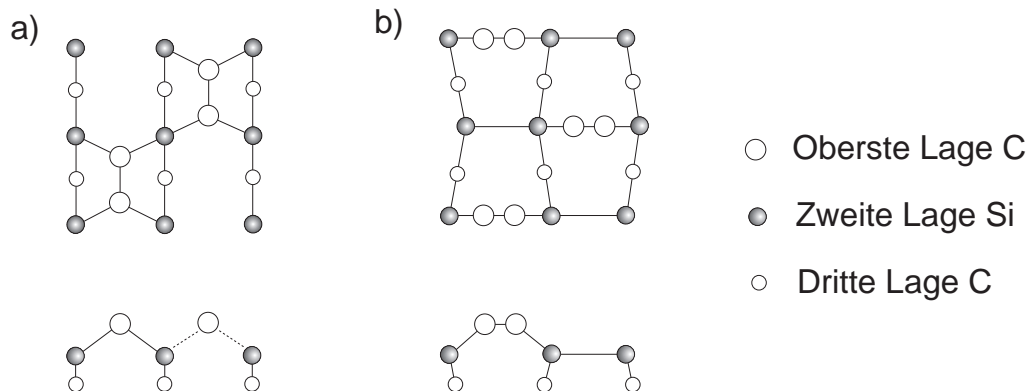


Abbildung 2.7: (a) Modell mit versetzten Dimeren, (b) Modell mit C₂-Gruppen auf Si-Brückenpositionen für die c(2x2)-Rekonstruktion von 3C-SiC(001)

Einige der Präparationsmethoden, wie z.B. das Tempern bei ca. 1275°C [19], führen zu einem (1x1)-LEED-Bild. Allerdings besitzen die entsprechenden Oberflächen keine Rekonstruktion im eigentlichen Sinne, vielmehr wird vermutet, daß die Oberfläche durch eine Kombination aus thermischer Unordnung und graphitischer Kontamination entsteht.

2.3 Strategien zur Oberflächenpräparation

Die Oberflächen von SiC lassen sich mit verschiedenen Methoden präparieren. Prinzipiell wird zwischen der Präparation außerhalb des Vakuums und der im Vakuum unterschieden. Im allgemeinen muß die Probe außerhalb des Vakuums naßchemisch gereinigt werden [16, 20]. Dies dient dem Entfetten der Probe. Dabei wird die Probe nacheinander mit verschiedenen Waschlösungen behandelt. Diese Reinigung erfolgt meist im Ultraschallbad bei Zimmertemperatur in Trichlorethylen, Aceton und Methanol. Als zweiter Reinigungsschritt kann ein Ätzprozeß folgen. Dieser soll einen Teil des Oberflächenoxids entfernen. Am einfachsten läßt sich dies durch Ätzen mit HF realisieren [21, 22]. Im Anschluß kann ein Bad in einer gepufferten NH₄F-Lösung bei einem pH-Wert von 9 zur Oxidentfernung durchgeführt werden [23]. K. Gebhardt verwendete bei stark verschmutzten Proben eine

Reinigungsprozedur mit konzentrierter Flußsäure, kochender konzentrierter Salzsäure und einem Gemisch aus Schwefel- und Salpetersäure [24]. U. Starke et al. [25] verwendeten zum Reinigen von SiC-Proben eine Kombination aus Oxidations- und Ätzprozessen. Zuerst erfolgte eine vierstündige Oxidation bei 800°C in einer O₂-Atmosphäre bei Normaldruck. Anschließend wurden die Proben in 50%iger HF und gepufferter NH₄F-Lösung geätzt. K. Gebhardt [24] ätzte die SiC-Proben zusätzlich in einem rf-Plasma aus H₂ und O₂, um stark beschädigte SiC-Schichten (vom Polieren der Wafer beim Herstellungsprozeß) abzutragen. Dabei wurden ca. 100 nm Material abgetragen. Danach wurden die Proben in einer O₂-Atmosphäre bei 1200°C über 45 Minuten oxidiert, um die Schädigung durch den Ionenbeschuß auszuheilen.

Die Präparationsverfahren im Vakuum lassen sich in vier Gruppen unterteilen:

- Tempern der Probe
- Tempern der Probe bei gleichzeitigem Aufdampfen von Si
- Sputtern und Tempern
- Reaktion der SiC-Oberfläche mit Gasen

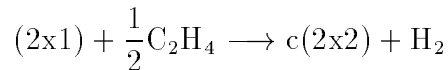
Primäres Ziel beim Tempern der Probe ist die Desorption des noch an der Oberfläche gebundenen Sauerstoffes. Dazu werden allerdings sehr hohe Temperaturen benötigt. Erst ab 1055°C tritt eine deutliche Reduktion des O-Signals im Augerspektrum auf [7]. Nach Tempern auf 1150°C ist das O-Signal verschwunden [26]. Beim Tempern der Probe auf solche hohen Temperaturen tritt ebenso ein Verlust von Oberflächensilizium auf. Dieser Prozeß setzt ab zirka 1100°C ein [7]. Eine Si-reiche Oberfläche kann somit in eine Si-arme überführt werden. Dadurch ist die Einstellung der (3x2)-, (2x1)- oder c(2x2)-Rekonstruktion möglich. Kritische Größen für die Einstellung einer bestimmten Rekonstruktion sind sowohl die Temperatur als auch die Temperzeit. Bei zu schnellem Tempern wird nur die c(2x2)-Rekonstruktion erzeugt. Zum Teil wurde eine Graphitdeckschicht beobachtet. Eine spätere Rückführung der Probenoberfläche in eine Si-reichere Phase ist durch alleiniges Tempern nicht realisierbar.

Eine Verbesserung der Präparationsmöglichkeiten bietet die Verwendung von Atomstrahlen. Diese Methode hat sich als die gebräuchlichste erwiesen. Von R. Kaplan und T.M. Parrill [27] wurden Experimente mit Ga und As durchgeführt. Sie konnten zeigen, daß eine Entfernung der Oxidschicht von der Probe, ohne Si zu verdrängen, möglich ist. Die Oxidschicht nahm schon bei 850°C stark ab, bei 1050°C war sie vollständig entfernt. T.M. Parrill und V.M. Bermudez [28] benutzten erstmals Si zur Präparation. Dabei wird ein Stück Si direkt geheizt und so ein Si-Strahl erzeugt. Die Probe wird im Si-Fluß getempert. Dadurch kann das Oxid bei nur 850-950°C von der Oberfläche entfernt werden. Die einzelnen Rekonstruktionen können anschließend durch Tempern im Si-Fluß oder nur durch Tempern präpariert werden. Auf diesem Wege können alle bisher bekannten 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen erzielt werden. Diese Methode bietet den Vorteil, daß immer wieder Si der Oberfläche zugeführt werden kann. Es ist also möglich, nach der Untersuchung der C-reichen c(2x2)-Rekonstruktion die Si-reiche (2x1)-Rekonstruktion zu präparieren. Viele Gruppen nutzen heute dieses Verfahren. Im Anhang A ist eine Übersicht zu typischen Präparationsbedingungen wie Temperatur und Temperzeit für die jeweilige Rekonstruktion angegeben. Die Werte der einzelnen Gruppen differieren voneinander, was

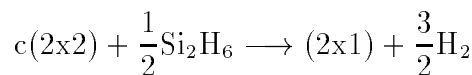
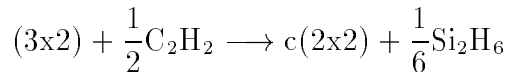
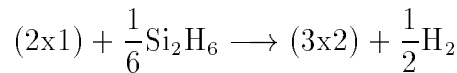
durch die unterschiedlichen Temperaturmeßmethoden und Si-Flußdichten begründet wird.

Es wurden ebenfalls Versuche unternommen, die SiC-Proben durch Sputtern mit Ar-Ionen und gleichzeitigem oder nachfolgendem Tempern zu präparieren. J.J. Bellina et al. [29] entfernten das Oberflächenoxid mit 3 keV-Ar-Ionen. Zum Ausheilen der durch das Sputtern entstandenen Defekte wurden die Proben bei mehr als 1200°C getempert. Die Ar-Implantierung blieb jedoch erhalten. Zusätzlich kam es im allgemeinen zur Ausbildung von mehreren Lagen Graphit an der Oberfläche. Um die Implantation von Ar- und Restgasen zu vermeiden, arbeiteten F. Boszo et al. [30] mit geringeren Teilchenenergien (500 eV) und bei einem Einfallswinkel von 80° zur Oberflächennormalen. Dies brachte jedoch keine Verbesserung der Ergebnisse, die langreichweitige Ordnung blieb zerstört. Es läßt sich somit feststellen, daß Sputtern mit Ar-Ionen ungeeignet zur Präparation von SiC ist.

Als weitere Methode zur Oberflächenpräparation steht die Reaktion mit Gasen zur Verfügung. So wurden zum Beispiel die Reaktion von SiC mit Stickstoff, Bor und Sauerstoff von V.M. Bermudez [22, 31] untersucht. T. Balster [32] untersuchte die H-Adsorption auf der c(2x2)-Rekonstruktion von kubischem SiC. Bei geringem Wasserstoffangebot änderte sich das LEED-Bild nicht. Erst bei einem Wasserstoffangebot von 10⁴ L wandelte es sich in eine (1x1)-Struktur um. Die Reaktion mit der SiC-Oberfläche kann mit durch einen Glühdraht angeregten und/oder dissoziierten Gasteilchen oder mit reaktiven Gasen ohne bzw. mit Plasmaunterstützung erfolgen. Zu den reaktiven Gasen zählen unter anderem CF₄, SF₆, CHF₃ und CBrF₃. Zur direkten Präparation einzelner Rekonstruktionen können C₂H₄, C₂H₂ und Si₂H₆ verwendet werden. Mittels C₂H₄ läßt sich die (2x1)- in eine c(2x2)-Rekonstruktion überführen [33, 9]. Dafür sind Temperaturen zwischen 850°C und 1100°C erforderlich.



T. Yoshinobu et al. [34] arbeiteten mit Si₂H₆ und C₂H₂. Die Probe wurde bis 1000°C im C₂H₂-Strahl getempert, um eine c(2x2)-Rekonstruktion zu erlangen. Das C₂H₂ reagiert bei 920°C mit Si. Anschließend wurde die Oberfläche durch Si₂H₆-Angebot in eine (3x2)-Rekonstruktion überführt. Die Si-Atome vom Si₂H₆ lagern sich an die C-Atome der obersten Monolage der c(2x2)-Rekonstruktion an. Im folgenden sind die jeweiligen Reaktionsgleichungen für die Umwandlungen angegeben.



2.4 Bisherige Untersuchungen an 3C-SiC(001) im Überblick

Seit die Güte der zur Verfügung stehenden 3C-SiC-Proben durch verbesserte Wachstumsprozesse gestiegen ist, hat das Interesse an 3C-SiC erneut stark zugenommen. Dies machte sich in einer steigenden Anzahl an Untersuchungen bemerkbar. Dabei standen typische Methoden zur Strukturbestimmung und zur Bestimmung der elektronischen Struktur im Mittelpunkt. Am einfachsten läßt sich die Oberflächenstruktur mit LEED ermitteln (Kapitel 3.5). Deshalb wurde LEED am häufigsten verwendet [16, 7, 8]. Außerdem wurden RHEED [34], MEIS [5] und STM [6] zur Strukturbestimmung benutzt. Informationen über die elektronische Struktur wurden aus AES-, EELS-, XPS-, SXPS- und UPS-Messungen abgeleitet. Mit diesen Verfahren können Aussagen über die stöchiometrische Zusammensetzung der Oberfläche, chemische Bindungen und Kontaminationen getroffen werden. Bei AES wurden meist die Übergänge Si(LVV), C(KLL) und O(KLL) für unterschiedliche Rekonstruktionen untersucht (Abbildung 2.8 [19]). Die entsprechenden Linienformen und Peakpositionen sind sensitiv für die chemische Bindung der Atome an der Oberfläche.

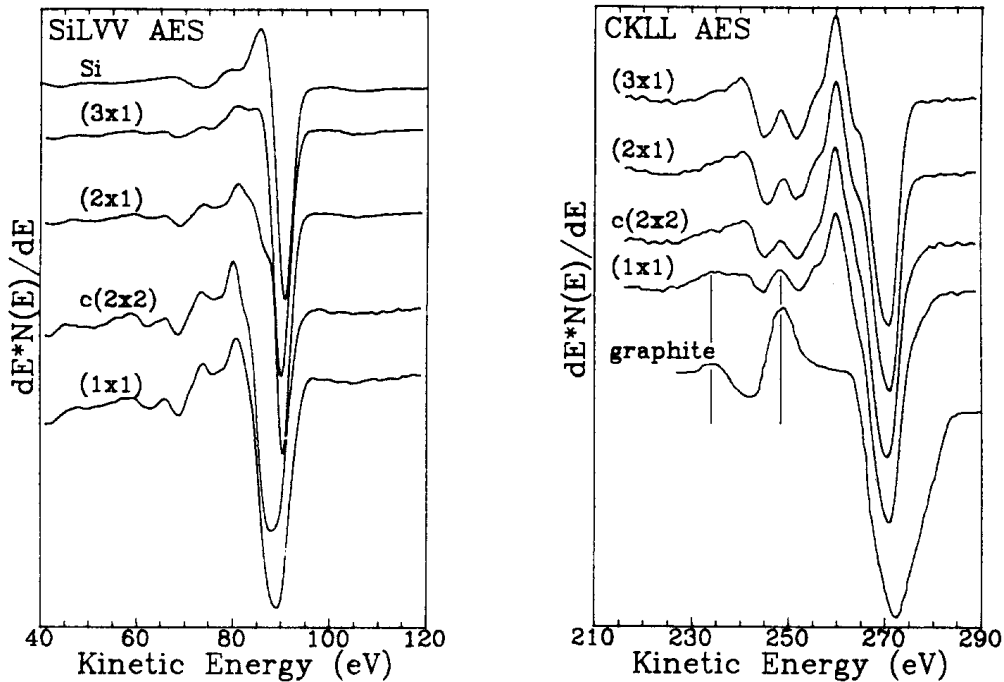


Abbildung 2.8: AES-Spektren für die Übergänge Si(LVV) und C(KLL) für die verschiedenen 3C-SiC(100)-Rekonstruktionen [19]

Bei SXPS- und XPS-Messungen wurde mit der Zr M_{ζ} -Linie, der Mg K_{α} -Linie oder Synchrotronstrahlung gearbeitet [28, 33]. Ausgewertet wurden die Rumpfniveaus Si 2p, C 1s und die Valenzbänder. Daraus lassen sich Aussagen über die Bandverbiegung des Valenzbandes und über Oberflächenzustände treffen. Abbildung 2.9 [33] zeigt die Rumpfniveaus Si 2p für die (2x1)- und die (3x2)-Rekonstruktion, aufgenommen mit 115 eV bzw. 130 eV Photonenenergie. Deutlich erkennbar sind jeweils die Volumenanteile (B) und die Oberflächenanteile (S, S').

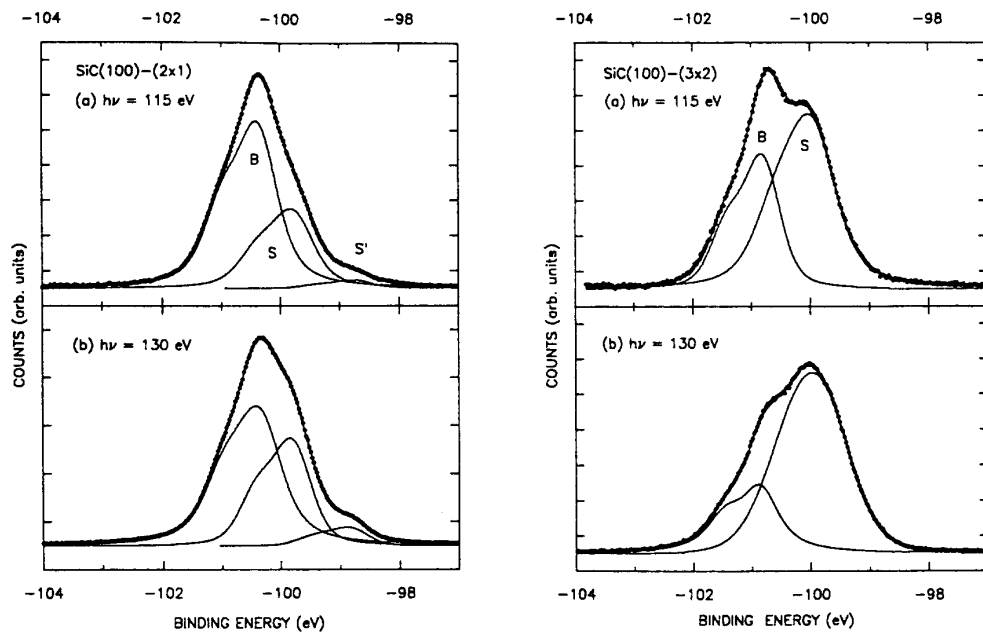


Abbildung 2.9: SXPS-Spektren der Si 2p und C 1s Rumpfniveaus für die (2x1)- und die (3x2)-Rekonstruktion von 3C-SiC(001), B entspricht dem Volumenanteil, S und S' entsprechen Oberflächenanteilen [33]

Kapitel 3

Experimentelle Methoden

3.1 Grundlagen der Oberflächenphysik

Als Oberfläche werden meist nur die oberen drei Atomlagen bezeichnet. Die Eigenschaften der Oberfläche unterscheiden sich im allgemeinen deutlich von denen des Festkörpervolumens. Dies liegt in der fehlenden Translationssymmetrie in Richtung der Oberflächennormalen begründet. Dadurch wirkt auf die Oberflächenatome ein anderes Potential als auf die Volumenatome. Infolge der Energieminimierung verändern die Atome der obersten Monolagen häufig ihre Lage bezüglich der Volumenposition, d. h. die Oberfläche relaxiert oder rekonstruiert. Bei Relaxation bleibt die laterale Anordnung erhalten, nur die vertikalen Abstände zwischen den Oberflächen- und den Volumenatomen ändern sich. Bei der Rekonstruktion werden ebenso die lateralen Abstände verändert. Zur Rekonstruktion kommt es bei einer starken Störung der elektronischen Struktur durch die Oberfläche. So führt die Existenz der Oberfläche bei Halbleitern zu freien Bindungen. Die Oberflächenatome sind bestrebt, diese Valenzen abzusättigen, was in Form einer Rekonstruktion möglich ist. Bei Verbindungshalbleitern (z. B. SiC), Elementhalbleitern und Metallen kann dadurch die Oberflächenstöchiometrie anders sein als die Stöchiometrie des Volumens. Verschiedene Rekonstruktionen einer Verbindung haben folglich einen unterschiedlichen Gehalt der einzelnen Elemente. Durch gezielte Präparation lassen sich die möglichen Rekonstruktionen erzeugen. Durch die strukturellen Veränderungen der Oberfläche gegenüber dem Volumen kommt es ebenso zu einer Beeinflussung der elektronischen Struktur. Im Volumen gibt es Bänder mit erlaubten Energien der Festkörperelektronen und dazwischen verbotene Zonen. Durch die Oberfläche können elektronische Oberflächenzustände auftreten, welche zum Teil in den verbotenen Zonen liegen können. Desweiteren können sich Oberflächenresonanzen im Bereich der Volumenbänder ausbilden.

3.2 Informationstiefe der verwendeten Untersuchungsmethoden

Für die zu dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurden die Verfahren ARUPS, RAS und LEED verwendet. Um die Ergebnisse dieser Methoden korrekt diskutieren zu können, ist es wichtig, die jeweilige Informationstiefe zu kennen. Bei allen Verfahren wird die Probe entweder mit Photonen oder Elektronen angeregt.

Bei der RAS wechselwirken Photonen (über Reflexion) mit der Probe. Folglich ist die

Informationstiefe der RAS durch die Eindringtiefe δ der Photonen bestimmt. δ ergibt sich aus dem reziproken Wert des Absorptionskoeffizienten für das jeweils untersuchte Material. Die Eindringtiefe entspricht der Weglänge, nach welcher die einfallende Intensität auf das $\frac{1}{e}$ -fache ihres ursprünglichen Wertes abgefallen ist. Dabei muß jedoch beachtet werden, daß δ von der Wellenlänge (bzw. Energie) des Lichtes und von weiteren Parametern des Materials (z. B. Dotierung) abhängig ist. Abbildung 3.1 zeigt ausschnittsweise die Abhängigkeit der Eindringtiefe von Licht in kubisches SiC von der Energie der Photonen für n-dotierte Proben [35, 36].

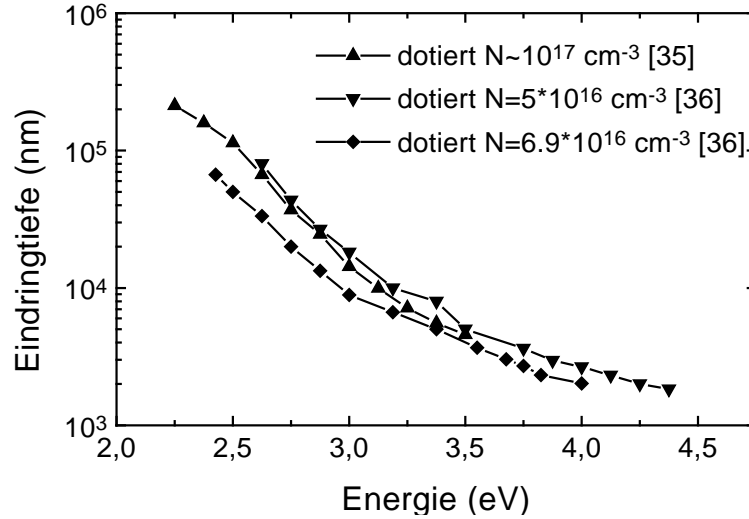


Abbildung 3.1: Eindringtiefe von Licht in kubisches SiC, gemessen an n-dotierten Proben

Daran ist zu erkennen, daß sichtbares Licht mehr als $10\ \mu\text{m}$ tief in die Probe eindringt. Demzufolge enthält das RAS-Signal prinzipiell sowohl Informationen aus dem Volumen als auch von der Oberfläche. Wählt man aber eine Probe, die im Volumen optisch isotrop ist, kann man gezielt deren Oberflächeneigenschaften untersuchen, da die RAS auf einer Differenzmethode beruht (Kapitel 3.4).

Bei der ARUPS wird die Probe ebenfalls mit Photonen angeregt (Kapitel 3.3). Diese Photonen haben eine konstante Energie (He I -Linie: 21,2 eV; He II -Linie: 40,8 eV) und regen Elektronen der Probe über das Vakuumniveau an, so daß Elektronen die Probe verlassen können. Elektronen haben im Festkörper aufgrund inelastischer Streuprozesse nur eine endliche Ausbreitungslänge, die durch die Größe der mittleren freien Weglänge λ_m beschrieben wird. Über ein von statistisch verteilten Streuprozessen ausgehendes Modell läßt sich λ_m wie folgt definieren:

$$I = I_0 e^{-\frac{z}{\lambda_m \cos \varphi}} \quad (3.1)$$

Dabei trifft ein Elektronenstrom mit der Intensität I_0 unter dem Winkel φ auf eine homogene Probe der Schichtdicke z . Bei λ_m ist die Intensität I_0 auf das $\frac{1}{e}$ -fache abgesunken. Seah und Dench [37, 38] haben für verschiedene Materialklassen eine Relation zur Berechnung der mittleren freien Weglänge λ_m in Abhängigkeit von der kinetischen Energie der Elektronen E_{kin} (in eV) und der mittleren Atomgröße a (in nm) angegeben. Auf der Grundlage dieser Ergebnisse wurde Abbildung 3.2 erstellt [39].

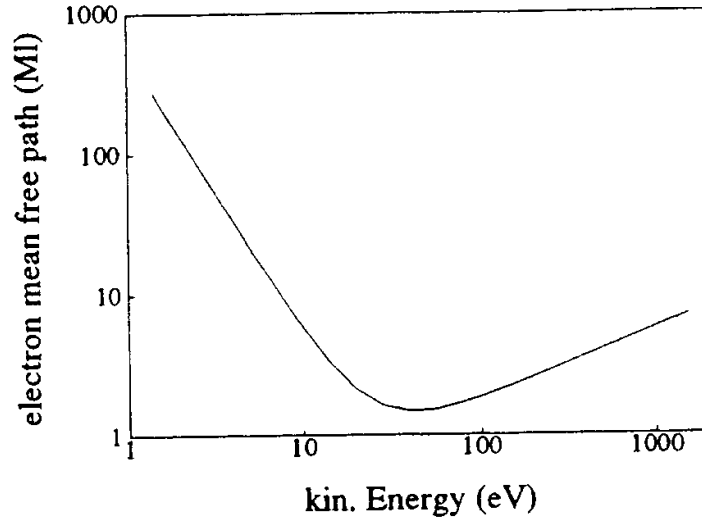


Abbildung 3.2: Mittlere freie Weglänge der Elektronen (in nm) in Abhängigkeit von der kinetischen Energie der Elektronen (in eV) [39]

Darin ist die Abhängigkeit der mittleren freien Weglänge von der kinetischen Energie der Elektronen zu sehen. Deutlich erkennbar ist das Minimum für λ_m bei $E_{kin} \approx 40$ eV. Im Bereich der ARUPS-Untersuchungen ($E_{kin} \approx 10 \dots 40$ eV) ist λ_m folglich sehr gering, d. h. im Bereich einiger Monolagen. Dadurch wird die Informationstiefe der ARUPS-Messungen durch die mittlere freie Weglänge der angeregten Elektronen bestimmt. Dies macht die ARUPS zu einer sehr oberflächenempfindlichen Meßmethode.

Bei den LEED-Untersuchungen treffen Elektronen mit Energien bis zu ca. 150 eV auf die Probe. Im Vergleich mit Abbildung 3.2 kann also festgestellt werden, daß auch hierbei nur die oberen Atomlagen erfaßt werden.

3.3 Winkelaufgelöste UV - Photoelektronenspektroskopie (ARUPS)

3.3.1 Grundlagen der Photoemission

Das Prinzip der Photoemission beruht auf dem äußeren photoelektrischen Effekt. Dieser Effekt wurde Ende des vergangenen Jahrhunderts von Hertz [40] entdeckt und 1905 durch Einstein [41] quantenmechanisch gedeutet. Dabei werden Elektronen der Probe mit Photonen der Energie $h\nu$ angeregt. Erhalten diese Elektronen genügend Energie, um die Bindungsenergie E_B und die Austrittsarbeit Φ_P der Probe aufzubringen, können sie den Festkörper mit einer kinetischen Energie $E_{kin,P}$ verlassen. Diese kinetische Energie ergibt sich also zu:

$$E_{kin,P} = h\nu - E_B - \Phi_P \quad (3.2)$$

Als Photonenquellen dienen meist Gasentladungslampen, z.B. He-Plasma-Lampen. Diese besitzen ein Linienspektrum, so daß die Probenoberfläche mit Photonen fester Energie bestrahlt wird. Bewährt hat sich auch die Verwendung von Synchrotronstrahlung. Sie

erlaubt es, Photonen mit variabler Energie zu nutzen. Werden die emittierten Elektronen bei konstanter Photonenenergie und -richtung detektiert, erhält man sogenannte Energie-Verteilungskurven (EDC), die Photoemissionsspektren. Die Spektren enthalten scharfe Peaks, die die Rumpfniveaus widerspiegeln und relativ breite Strukturen, die von aus den Valenzbändern emittierten Elektronen erzeugt werden. Weiterhin ist ein breiter Untergrund enthalten, der durch im Festkörper inelastisch gestreute Elektronen hervorgerufen wird. In den Photoemissionsspektren werden also im Festkörper besetzte Energieniveaus durch Strukturen sichtbar. Abbildung 3.3 [42] zeigt den Zusammenhang zwischen der Zustandsdichte eines Festkörpers und der zugehörigen EDC.

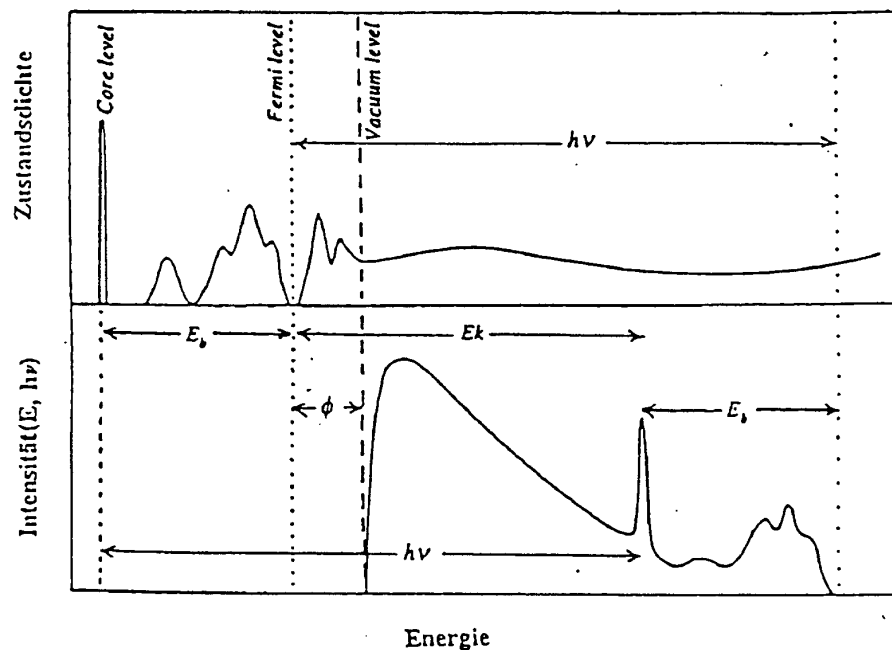


Abbildung 3.3: Beispiel für eine Energieverteilungskurve [42]

Für Photoemissionsexperimente werden verschiedene Energiebereiche zur Untersuchung der unterschiedlichen Strukturen einer EDC verwendet. Mit Energien bis 150 eV können die Valenzbänder untersucht werden (Valenzbandspektroskopie, Photoelektronenspektroskopie mit UV-Licht - UPS bzw. mit weicher Röntgenstrahlung - SXPS). Mit Röntgenstrahlen können außerdem die tiefer liegenden Rumpfniveaus untersucht werden. Daraus lassen sich Informationen über die Menge der emittierenden Atome und deren chemische Umgebung gewinnen. Es wird zwischen SXPS (Soft X-ray Photoemission Spectroscopy) bei Photonenenergien von 100...1000 eV und XPS (X-ray Photoemission Spectroscopy) bei Photonenenergien über 1000 eV unterschieden. Durch die Verwendung von Synchrotronstrahlung können Anfangszustände (Constant Final State Spectroscopy - CFS) und Endzustände (Constant Initial State Spectroscopy - CIS) der Elektronen selektiv detektiert werden. Ersteres erfolgt bei variabler Photonenenergie und konstanter kinetische Energie der Elektronen, letzteres bei gleichsinniger Änderung von Photonen- und kinetischer Energie.

Mit Hilfe eines drehbar gelagerten Energieanalysators ist es möglich, die emittierten Elektronen in Abhängigkeit vom Austrittswinkel zu detektieren. Der Austrittswinkel

wird durch den Polarwinkel ϑ und den Azimuthwinkel φ bestimmt. Dieses Verfahren wird als winkelaufgelöste Photoelektronenspektroskopie (ARPES) bezeichnet (Abbildung 3.4) und gestattet es, die elektronische Struktur des Festkörpers entlang ausgezeichneter Kristallrichtungen zu detektieren. Daraus kann die Bandstruktur des Festkörpers ermittelt werden (Kapitel 4.4.1).

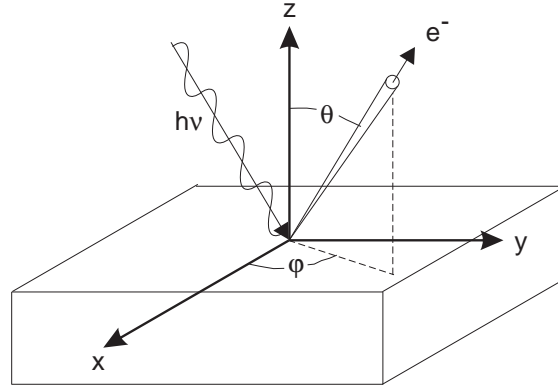


Abbildung 3.4: Prinzipbild für die winkelaufgelöste Photoemissionsspektroskopie: Photonen der Energie $h\nu$ treffen auf die Probe und lösen Elektronen aus, die in Abhängigkeit vom Polarwinkel θ und Azimuthwinkel φ mit einem Energieanalysator winkelaufgelöst detektiert werden

3.3.2 3-Stufen-Modell

Für die Interpretation der gemessenen Photoemissionsspektren ist es wichtig, einen Zusammenhang zu den Zuständen, aus denen die Photoelektronen emittiert wurden, herzustellen. Eine einfache Methode dafür stellt das 3-Stufen-Modell dar. Das Modell wurde 1964 von Berglund und Spicer [43] vorgeschlagen, um die Photoemission von Cu und Ag zu deuten. Es geht davon aus, daß der Photoemissionsprozeß für ein Elektron in drei unabhängigen Schritten erfolgt. Diese Schritte lauten:

- Optische Anregung des Elektrons im Festkörper
- Transport des Elektrons zur Festkörperoberfläche
- Austritt des Elektrons ins Vakuum

Die einzelnen Elektronen werden näherungsweise als nichtwechselwirkende Teilchen in einem effektiven Potential betrachtet. Dieses Potential ergibt sich als Summe aus dem Potential der positiv geladenen Ionenrümpfe und dem mittleren Potential aller anderen Elektronen im Festkörper. Dieser Ansatz wird als Einelektronennäherung bezeichnet. Der Photoemissionsprozeß kann quantenmechanisch im Rahmen der Störungstheorie behandelt werden. Im folgenden werden die drei Stufen detaillierter beschrieben.

Im ersten Schritt geht das Elektron durch optische Anregung mit einem Photon der Energie $h\nu$ vom Anfangszustand $|\psi_i\rangle$ in den Endzustand $|\psi_f\rangle$ über. Konzeptionell ergibt sich damit das Problem, daß der Endzustand energetisch schon im Vakuum liegt, räumlich jedoch noch im Festkörper lokalisiert ist. Der Übergang zwischen dem Anfangszustand $|\psi_i\rangle$

und dem Endzustand $|\psi_f\rangle$ wird durch dessen Übergangswahrscheinlichkeit w_{fi} bestimmt. Diese wird durch „Fermis Goldene Regel“ beschrieben und ergibt sich zu:

$$w_{fi} = \frac{2\pi}{\hbar} m_{fi} \delta(E_f(\vec{k}) - E_i(\vec{k}) - h\nu) \quad (3.3)$$

mit dem Matrixelement $m_{fi} = |\langle\psi_f|H|\psi_f\rangle|^2$ und dem Hamiltonoperator H , der die Wechselwirkung des elektromagnetischen Feldes mit dem Elektron beschreibt. Durch die Deltafunktion wird die Energieerhaltung

$$E_f(\vec{k}) = E_i(\vec{k}) + h\nu \quad (3.4)$$

gewährleistet. Weiterhin muß noch die Impulserhaltung erfüllt sein. Hierfür gilt die Beziehung

$$\vec{k}_f = \vec{k}_i + \vec{k}_{\text{photon}} + \vec{G} \quad (3.5)$$

Der Photonenimpuls ist bei Photoemissionsexperimenten so klein, daß er vernachlässigt werden kann. Folglich bleibt der Impuls bis auf einen reziproken Gittervektor \vec{G} erhalten. Beim Übergang in das reduzierte Zonenschema ergibt sich schließlich für den Impuls des Elektrons:

$$\vec{k}_f \approx \vec{k}_i := \vec{k} \quad (3.6)$$

Der Wellenvektor bleibt bei der Photoemission also konstant. In dieser Näherung können letztlich nur direkte Übergänge zwischen den einzelnen Energiebändern stattfinden.

Die Übergangswahrscheinlichkeit wird im wesentlichen durch das Matrixelement w_{fi} bestimmt, da bei verschwindendem Matrixelement kein Übergang stattfinden kann, selbst wenn er energetisch möglich ist. Großen Einfluß haben ebenso die Wellenfunktionen, der am Übergang beteiligten Anfangs- und Endzustände, die direkt in das Matrixelement eingehen. Das Matrixelement spiegelt den Photoionisationsquerschnitt für einen bestimmten Übergang wider. Die Verteilung aller photoangeregten Elektronen $I(E, \nu, \vec{k})$ ergibt sich durch Summierung über alle möglichen Übergänge. Gleichzeitig geht in diese Verteilung die Besetzung der Anfangszustände $f(E_i)$ ein.

$$I(E, \nu, \vec{k}) \sim \sum_{f,i} m_{fi} f(E_i) \delta(E_f(\vec{k}) - E_i(\vec{k}) - h\nu) \delta(E_f(\vec{k}) - E) \quad (3.7)$$

Im zweiten Schritt des 3-Stufen-Modells wird der Transport des Elektrons zur Festkörperoberfläche beschrieben, der durch die Transmissionsfunktion $T(E)$ widergegeben wird. Von den photoangeregten Elektronen kann nur ein Teil den Festkörper ohne inelastische Streuung an Phononen oder anderen Elektronen verlassen. Die inelastisch gestreuten Elektronen sind im Photoemissionsspektrum als ein zu kleinen Energien hin ansteigender Untergrund (Sekundärelektronenuntergrund) zu sehen. Infolge der erwähnten Streuprozesse wird die Transmissionsfunktion durch die mittlere freie Weglänge der Elektronen im Festkörper bestimmt. Diese beträgt nur wenige Å, so daß die detektierten Elektronen aus den obersten Lagen der Probe stammen. Der Zusammenhang zwischen Energie der Elektronen und der damit korrelierten Austrittstiefe wurde bereits in Kapitel 3.2 genauer erläutert.

Im dritten Schritt verläßt das Elektron den Festkörper und tritt durch die Oberfläche ins Vakuum aus. Aufgrund der 2-dimensionalen Translationssymmetrie des Kristallpotentials der Oberfläche ändert sich nur die senkrechte Komponente \vec{k}_\perp des Wellenvektors

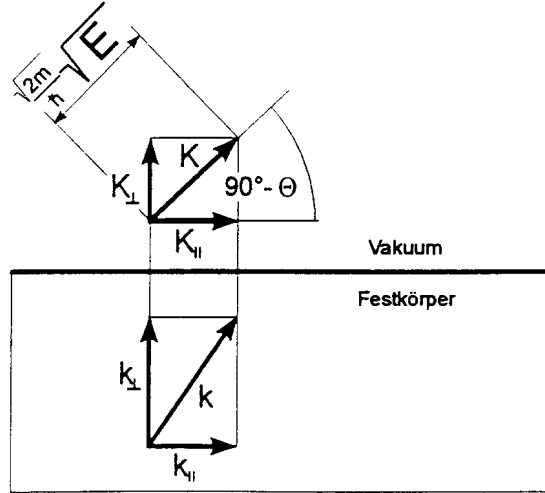


Abbildung 3.5: Zusammenhang zwischen den Wellenvektoren bei der Photoemission [44]

beim Austritt zu \vec{K}_- . Dies führt zur Beugung der Elektronenwelle an der Oberfläche. Die Parallelkomponente $\vec{k}_{||}$ des Wellenvektors bleibt erhalten, so daß gilt: $\vec{k}_{||} = \vec{K}_{||}$. Abbildung 3.5 [44] verdeutlicht diese Zusammenhänge. Außerdem ist ersichtlich, daß $\vec{k}_{||} = \vec{K} \sin \theta$ gilt. Ein solches aus dem Festkörper ausgetretenes Elektron läßt sich näherungsweise als freies Elektron beschreiben und genügt damit der Dispersionsrelation freier Elektronen:

$$E_{kin} = \frac{\hbar^2}{2m_e} \vec{K}^2 \quad (3.8)$$

Somit ist die Parallelkomponente des Wellenvektors eines Elektrons im Festkörper direkt zugänglich und beträgt

$$|\vec{k}_{||}| = \sqrt{\frac{2m_e E_{kin}}{\hbar^2}} \sin \theta \quad (3.9)$$

Die senkrechte Komponente läßt sich nicht auf so einfache Weise bestimmen. Dazu ist eine weitere Näherung für die Endzustände der Elektronen im Festkörper erforderlich. Diese lassen sich ebenfalls durch das Modell freier Elektronen beschreiben, wenn von einer um das innere Potential V_0 verschobenen Dispersionsrelation ausgegangen wird. V_0 bezeichnet die Differenz zwischen Vakuumniveau und mittlerem Kristallpotential und läßt sich durch Vergleich der experimentell bestimmten Bandstruktur und der theoretisch berechneten Bandstruktur ermitteln. Demzufolge gilt:

$$|\vec{k}_-| = \sqrt{\frac{2m_e}{\hbar^2} (E_{kin} \cos^2 \theta + |V_0|)} \quad (3.10)$$

Über die senkrechte Komponente kann ebenso die Austrittsbedingung für die Elektronen definiert werden. Um das Potential des Festkörpers verlassen zu können, muß der Wellenvektor \vec{k}_- hinreichend groß ($>$ kritischer Wert $\vec{k}_{-(c)}$) sein:

$$\vec{k}_- > \vec{k}_{-(c)} = \sqrt{\frac{2m_e |V_0|}{\hbar^2}} \quad (3.11)$$

Damit können nur Elektronen, die sich innerhalb eines Winkels α ausbreiten, den Festkörper verlassen. Der Winkel α bezieht sich auf die Richtung der Oberflächennormalen und ist über folgende Relation bestimmt:

$$\sin \alpha = \sqrt{\frac{E_i - |V_0|}{E_i}} \quad (3.12)$$

3.3.3 Energieverhältnisse bei der Photoemission

Um die Photoemissionsmessungen korrekt auswerten zu können, müssen die Energieverhältnisse zwischen der Probe und dem Energieanalysator bekannt sein. Abbildung 3.6 soll die Beziehungen der einzelnen energetischen Größen zueinander verdeutlichen.

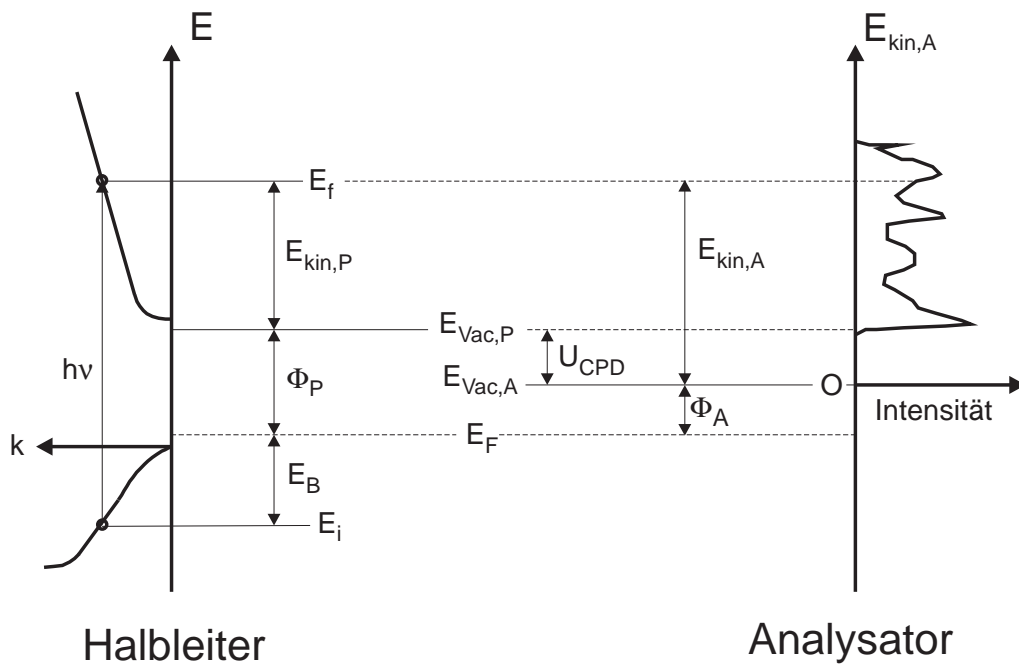


Abbildung 3.6: Energieniveauschema für Photoemissionsmessungen

SiC ist ein Halbleiter. Demzufolge liegt die Fermienergie in der Bandlücke zwischen Valenzband und Leitungsband. Ein einfallendes Photon mit der Energie $h\nu$ regt ein Elektron aus dem Valenzband ins Vakuum hin an. Dadurch geht es vom Anfangszustand E_i in den Endzustand E_f über. Die Energie des Photons wird benötigt, um die Bindungsenergie E_b des Elektrons und die Austrittsarbeit Φ_P aufzubringen. Die verbleibende Energie wird in kinetische Energie des Elektrons $E_{kin,P}$ umgewandelt. Im Energieanalysator wird das Elektron mit der kinetischen Energie $E_{kin,A}$ nachgewiesen. Probe und Analysator sind miteinander in gutem elektrischen Kontakt, haben also eine gemeinsame Fermienergie E_f . Die beiden Vakuumniveaus von Probe und Analysator unterscheiden sich durch die Kontaktpotentialdifferenz U_{CPD} .

3.3.4 Valenzbandspektroskopie

Die Photoemissionsspektren der Valenzbänder spiegeln die elektronischen Eigenschaften der Probe wider. Die Valenzelektronen sind nicht lokalisiert. Deshalb lassen sich diese

Spektren wesentlich schwerer auswerten als Rumpfniveauspektren, die von stark lokalisierten Elektronen herrühren. Die Valenzbandspektren werden von Elektronen gebildet, die aus mehreren unterschiedlichen Bändern stammen. Die Bindungsenergie der einzelnen Elektronen ist mit dem Wellenvektor über die Bandstruktur verknüpft. Der Wellenvektor ergibt sich aus der Anregungsenergie und dem Detektionswinkel (Kapitel 3.3.2). In den Valenzbandspektren überlagern sich Informationen der dreidimensionalen Volumen- und der zweidimensionalen Oberflächenbandstruktur. Die Schwierigkeit besteht nun darin, die vom Volumen bzw. von der Oberfläche erzeugten Anteile zu separieren. Die volumenabgeleiteten Zustände bleiben bei unterschiedlicher Präparation der Oberfläche erhalten. Die oberflächenabgeleiteten Zustände hingegen reagieren empfindlich auf jegliche Veränderung der Oberflächenstruktur wie Relaxation, Rekonstruktion oder Anlagerung von Adsorbaten.

Infolge der Symmetrie der Oberfläche werden von der Oberfläche herrührende Zustände durch die Bindungsenergie und die Komponente \vec{k}_{\parallel} des Wellenvektors vollständig beschrieben. Entsprechend zeigen sie keine Dispersion mit der senkrechten Komponente \vec{k}_{\perp} des Wellenvektors. Anhand dieses Kriteriums können volumen- von oberflächeninduzierten Zuständen unterschieden werden. Experimentell werden dafür Messungen mit verschiedenen Photonenenergien benötigt (am besten ist Synchrotronstrahlung geeignet).

Zu den oberflächenabgeleiteten Zuständen zählen die Oberflächenzustände und die Oberflächenresonanzen. Um diese voneinander zu unterscheiden, ist es hilfreich, die dreidimensionale Volumenbandstruktur auf die Oberfläche zu projizieren. Diese Projektion entspricht der Integration über die Komponente \vec{k}_{\perp} des Wellenvektors senkrecht zur Oberfläche. In dieser sogenannten projizierten Volumenbandstruktur (PBS) treten Bandlücken dort auf, wo zu keinem \vec{k}_{\perp} Volumenzustände existieren. Werden in diesen Bereichen aus den Valenzbandspektren Zustände ermittelt, handelt es sich um Oberflächenzustände. Oberflächenresonanzen koppeln an Volumenzustände an und liegen somit innerhalb der PBS.

3.4 Reflexionsanisotropiespektroskopie (RAS)

3.4.1 Allgemeines zur RAS

Die Reflexionsanisotropiespektroskopie (RAS) basiert, wie der Name schon sagt, auf der spektroskopischen Erfassung von reflektiertem Licht. Der optische Aufbau der RAS ähnelt dem der Ellipsometrie. Bei beiden Methoden wird die Änderung des Polarisationszustandes des von der Probe reflektierten Lichts detektiert. Meist ist das einfallende Licht linear und das ausfallende elliptisch polarisiert. Bei der RAS trifft das Licht nahezu unter normalen Einfall auf die Probe, während bei ellipsometrischen Untersuchungen der Einfallswinkel variiert. Die RAS liefert als Meßsignal die relative Differenz der Reflexionskoeffizienten bezogen auf deren Mittelwert. Im Gegensatz dazu werden mit Hilfe der Ellipsometrie die dielektrischen Funktionen des untersuchten Materials bestimmt.

Die Methode RAS hat sich erst im letzten Jahrzehnt in den Laboratorien etabliert. Sie wurde 1985 von D.E. Aspnes [45] entwickelt. Er nannte diese Methode „Reflectance Difference Spectroscopy“ (RDS), die auch heute noch von einzelnen Gruppen verwendet wird.

Diese Bezeichnung bezieht sich inhaltlich korrekt auf das Meßergebnis, die Differenz der Reflexionskoeffizienten in Richtung der beiden Hauptachsen der Anisotropie. Gebräuchlicher ist jedoch die Bezeichnung „Reflection Anisotropy Spectroscopy“. Darin wird die Ursache für die Veränderung des Polarisationszustandes bei der Reflexion widergespiegelt. Diese Bezeichnung stammt von S.M. Koch et al. [46, 47]. Die RAS bezieht sich auf die Reflexionskoeffizienten (r_a, r_b) wohingegen die RDS meist die relative Differenz des Intensitäts-Reflexionsvermögens ($R_a=r_a^2$, $R_b=r_b^2$) betrachtet. Berkovitz et al. [48] gaben der Methode den Namen „Polarisationsmodulierte Reflektometrie“ (PMR), Azzam [49] nannte sie „Perpendicular Incidence Photometric Ellipsometry“ (PIPE). Das erste Spektrum wurde 1966 von Cardona [50] gemessen. Er nannte seine Methode „Rotorelectance“.

Die RAS hat sich mittlerweile zu einer weit verbreiteten Charakterisierungs- und Untersuchungsmethode entwickelt. Sie kann sowohl *ex situ* als auch *in situ* verwendet werden und bietet den Vorteil zerstörungslosen Arbeitens an der Probe. Sie ist infolge ihrer Empfindlichkeit für Anisotropien besonders geeignet, Oberflächen und Wachstumsprozesse zu untersuchen oder zu überwachen. Es sind auch keine nachteiligen Beeinflussungen des Wachstumsprozesses wie z. B. bei RHEED bekannt. Die Anwendung der Methode RAS ist nicht nur auf das UHV beschränkt. Es kann ebenso unter Normaldruck bei MOCVD- oder CVD-Bedingungen gearbeitet werden. Durch den nahezu normalen Einfall des Lichts ist die Ankopplung der RAS-Apparaturen wesentlich einfacher zu realisieren als bei ellipsometrischen Untersuchungen, da dort zwei Kammerfenster benötigt werden. Die meisten Experimente wurden bisher an Si(110) [51] und GaAs(100) [52, 53] durchgeführt. Beide Materialien kristallisieren im kubischen Kristallsystem. Somit ist das Volumen optisch isotrop und die Messungen sind außerordentlich oberflächenempfindlich.

3.4.2 Ursachen der Anisotropie

Die RAS mißt die Anisotropie einer Probe, indem das reflektierte Licht bezüglich von zwei senkrecht aufeinander stehenden Richtungen ausgewertet wird. Dabei können energiedispersive oder zeitabhängige Messungen durchgeführt werden. Das Signal enthält Informationen über alle auftretenden Anisotropieeffekte einer Probe. Damit ist es sehr komplex und die Interpretation des RAS-Spektrums bedarf großer Sorgfalt.

Das einfallende Licht wird von der Probe reflektiert. Dabei dringt es in Abhängigkeit von der eingestrahnten Wellenlänge relativ tief in den Festkörper ein (Kapitel 3.2). Dieser Vorgang wird durch die Gesetze der Wechselwirkungen von Licht mit Materie beschrieben (Maxwell-Gleichungen). Detaillierte Betrachtungen können in [54, 55] nachgelesen werden. Es lassen sich demzufolge hauptsächlich Eigenschaften des Festkörpers untersuchen. Die Oberfläche liefert nur einen sehr geringen Beitrag, der jedoch vom Volumenbeitrag des Festkörpers überdeckt wird. Wenn die Oberflächenbeiträge detektiert werden sollen, darf es folglich keine Volumenbeiträge geben, d. h. das Volumen muß optisch isotrop sein.

Insgesamt lassen sich die Ursachen der Anisotropien in Volumen- und Oberflächeneffekte unterteilen. Ein Überblick von intrinsischen und extrinsischen Effekten wurde von D.E. Aspnes [45] gegeben. Ein Auszug über mögliche Ursachen von Anisotropien ist im folgenden aufgeführt.

Volumeneffekte

- Doppelbrechende Probe
- Induzierte Doppelbrechung in der Probe
kann erzeugt werden durch:
 - Mechanische Spannungen z. B. durch Kompression oder Biegung
 - Elektrische Felder
 - Magnetische Felder

Oberflächeneffekte

- Oberfläche an sich kann zur Anisotropie führen
- Rekonstruktion der Oberfläche
- Anisotrope Rauigkeiten

Auch Anisotropien im Bereich einer Grenzfläche lassen sich mit der RAS untersuchen, wenn die Grenzfläche noch im Bereich der Eindringtiefe des verwendeten Lichts liegt.

3.4.3 Meßgrößen der RAS

Bei der RAS wird linear polarisiertes Licht senkrecht auf die Probe eingestrahlt. Besitzt die Probe anisotrope Eigenschaften, ist das reflektierte Licht infolge der unterschiedlichen Reflexionskoeffizienten im allgemeinen elliptisch polarisiert (Abbildung 3.7). Dabei seien

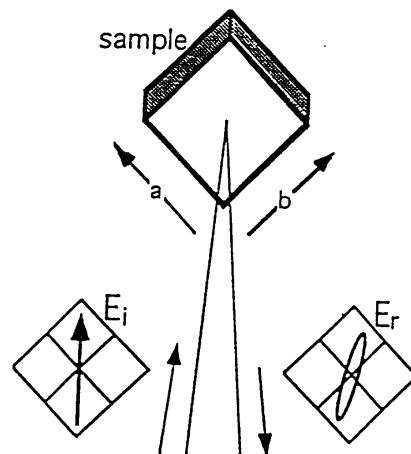


Abbildung 3.7: Veränderung des Polarisationszustandes des Lichts bei Reflexion an einer anisotropen Probe

r_a und r_b die beiden komplexen Reflexionskoeffizienten für jeweils in Richtung a und b polarisiertes Licht. Der komplexe Reflexionskoeffizient ist definiert als der Faktor zwischen

der einfallenden und der ausfallenden Amplitude des elektrischen Feldes (E_i, E_r). Bei anisotroper Reflexion gilt demnach $r_a \neq r_b$.

Die RAS ermittelt die Differenz Δr der komplexen Reflexionskoeffizienten der Achsen a und b normiert auf den Mittelwert \bar{r} der beiden Koeffizienten.

$$\frac{\Delta r}{\bar{r}} = \operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\bar{r}} \right\} + i \operatorname{Im} \left\{ \frac{\Delta r}{\bar{r}} \right\} = 2 \frac{r_a - r_b}{r_a + r_b} \quad (3.13)$$

Damit gilt:

$$\Delta r = r_a - r_b \quad \bar{r} = \frac{r_a + r_b}{2} \quad (3.14)$$

Die Meßgröße ist somit unabhängig von der absoluten Lichtintensität. Um eine gewisse Vorstellung von der Meßgröße zu bekommen, sollen jetzt Realteil und Imaginärteil separiert werden. Dazu werden in obige Gleichung folgende Zusammenhänge eingesetzt:

$$r_a = |r_a|(\cos \delta_a + i \sin \delta_a) \quad \text{und} \quad r_b = |r_b|(\cos \delta_b + i \sin \delta_b) \quad (3.15)$$

Somit ergibt sich für den Realteil $\operatorname{Re}\{\frac{\Delta r}{\bar{r}}\}$ und den Imaginärteil $\operatorname{Im}\{\frac{\Delta r}{\bar{r}}\}$:

$$\operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\bar{r}} \right\} = 2 \frac{|r_a|^2 - |r_b|^2}{|r_a|^2 + |r_b|^2 + 2|r_a||r_b|\cos(\delta_a - \delta_b)} \quad (3.16)$$

$$\operatorname{Im} \left\{ \frac{\Delta r}{\bar{r}} \right\} = 2 \frac{|r_a||r_b|\sin(\delta_a - \delta_b)}{|r_a|^2 + |r_b|^2 + 2|r_a||r_b|\cos(\delta_a - \delta_b)} \quad (3.17)$$

Aus diesen Darstellungen läßt sich erkennen, daß Nulldurchgänge im Realteil auf gleiches Intensitätsreflexionsvermögen $R_a = R_b$ in Richtung der beiden ausgezeichneten Achsen a und b zurückzuführen sind. Im Gegensatz dazu entstehen Nulldurchgänge im Imaginärteil, wenn die Phasenbedingung $\delta_a - \delta_b = n\pi$ mit $n \in G$ erfüllt ist. Physikalisch relevant ist nur $n = 0$.

Aus den Meßgrößen lassen sich verschiedene optische Eigenschaften wie z.B. die komplexen Brechzahlen ermitteln. Dafür müssen jedoch bestimmte Merkmale der Schicht und des Substrates als bekannt vorausgesetzt werden. Weitere Ausführungen sind in [54] zu finden.

3.4.4 Komponenten des RAS-Aufbaus

Der RAS-Aufbau besteht aus einer Reihe optischer Bauelemente. Den Kern bilden die polarisierenden Bauelemente Polarisator, photoelastischer Modulator und Analysator (ist ebenfalls ein Polarisator). Deren Stellung ist in Abbildung 3.8 dargestellt [56]. Desweiteren werden diese durch eine Lichtquelle, geeignete Spiegel und einen Detektor ergänzt.

Die einzelnen Komponenten werden im Kapitel 4.3.3 detaillierter erläutert. Dort wird außerdem ihre Funktionsweise beschrieben. An dieser Stelle soll nur eine kurze Einführung stehen. Durch die Lichtquelle erzeugtes Licht wird von einem Polarisator linear und zwar senkrecht polarisiert. Anschließend fällt das polarisierte Licht auf die Probe, deren Anisotropie-Hauptachsen bezüglich den Hauptachsen des Polarisators um 45° verdreht sind. An der Probe wird das Licht reflektiert und ändert dabei seinen Polarisationszustand (in elliptisch polarisiertes Licht). Danach durchläuft das Licht einen photoelastischen Modulator (PEM), dessen Hauptachsen mit den Hauptachsen des Polarisators übereinstimmen. Das Licht erfährt im PEM eine Änderung der Phasenlagen der in

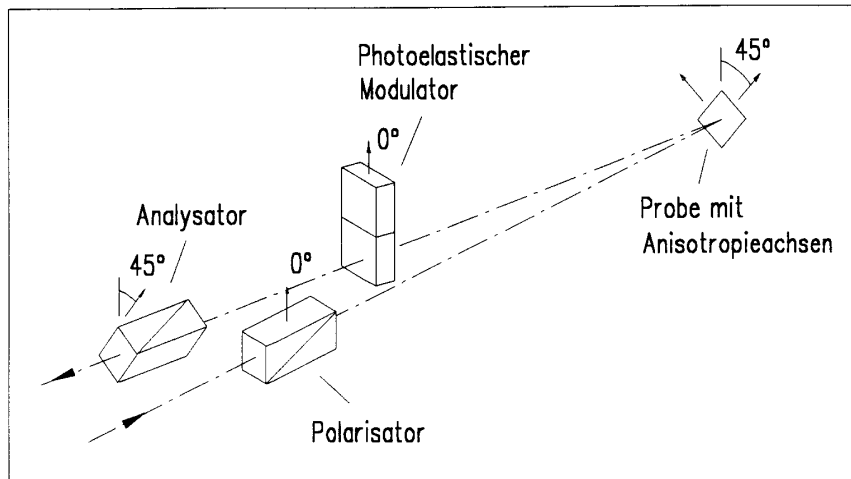


Abbildung 3.8: Stellung der polarisierenden Bauelemente nach Aspnes [56]

Richtung der Hauptachsen liegenden Komponenten des \vec{E} -Feldes. Diese Phasenänderung erfolgt periodisch, so daß von Phasenmodulation gesprochen wird. Dies führt zu einer ständigen Veränderung des Polarisationszustandes des transmittierten Lichts. Das so polarisationsmodulierte Licht trifft anschließend auf den Analysator, dessen Hauptachsen zu den Hauptachsen des PEM gerade um 45° verdreht sind. Dadurch wird die Phasenmodulation in eine Intensitätsmodulation des Lichts umgewandelt. Das in dieser Weise modulierte Licht wird in einem Monochromator wellenlängenabhängig selektiert und von einem Detektor in ein elektrisches Signal umgewandelt. Danach kann es mit einer geeigneten Elektronik ausgewertet werden.

3.4.5 Mathematische Beschreibung

Die RAS ist von der Auswertung her eine komplexe Methode. Die Veränderung der elektromagnetischen Wellen bei optischen Experimenten läßt sich sowohl grafisch veranschaulichen [57] als auch mathematisch beschreiben. Dazu muß die Wirkung jedes einzelnen optischen Elementes im Strahlengang betrachtet werden. Der Jones-Formalismus ist ein mögliches Konzept zur Berechnung der elektromagnetischen Wellen beim Arbeiten mit polarisiertem Licht.

Jones-Formalismus

Dieser Formalismus kann nur unter bestimmten Voraussetzungen angewendet werden. Diese Gültigkeitsbedingungen lauten:

- Es steht eine total polarisierte quasi-monochromatische Lichtquelle zur Verfügung, d. h. es existiert eine absolut stationäre Polarisationsellipse.
- Die totale Polarisation bleibt erhalten. (Befinden sich depolarisierende Elemente im Strahlengang muß zu den aufwendigeren Müller-Matrizen oder Stokes-Vektoren [58] übergegangen werden.)
- Die Strahlung kann als ebene Welle betrachtet werden.

- Die Frequenz der Strahlung bleibt erhalten.
- Die Eigenschaften der optischen Elemente sind feldstärkeunabhängig.

Der mathematischen Betrachtung der Ausbreitung elektromagnetischer Wellen muß ein Bezugssystem zugrunde gelegt werden. Als solches wird ein Koordinatensystem gewählt, dessen Einheitsvektoren linear unabhängig sind und senkrecht aufeinander stehen. Der Feldstärkevektor \vec{E} des polarisierten Lichts läßt sich dann als Linearkombination von zwei Einheitsvektoren (\vec{e}_x, \vec{e}_y) darstellen. Er enthält ebenso die Information über den Polarisationszustand.

$$\vec{E} = \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} |E_x| \exp i\varphi_x \\ |E_y| \exp i\varphi_y \end{pmatrix} \quad (3.18)$$

Ein polarisationsveränderndes Element wird nun durch eine Matrix dargestellt. Allgemein kann für jedes optische Element folgende Gleichung aufgestellt werden. Die Indizes *IN* bzw. *OUT* kennzeichnen dabei das einfallende bzw. ausfallende elektrische Feld in der *x-y*-Ebene.

$$\begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix}_{OUT} = \begin{pmatrix} A_{11} & A_{12} \\ A_{21} & A_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix}_{IN} \quad (3.19)$$

Wenn die Hauptachsen der optischen Elemente gegeneinander verkippt sind, müssen die jeweiligen Hauptachsensysteme ineinander überführt werden. Dies erfolgt durch Drehmatrizen. Eine Drehmatrix für eine Drehung um den Winkel α hat folgende Form:

$$D(\alpha) = \begin{pmatrix} \cos \alpha & \sin \alpha \\ -\sin \alpha & \cos \alpha \end{pmatrix} \quad (3.20)$$

Im Anschluß werden die Matrizen der im RAS-Aufbau vorkommenden Komponenten behandelt. Die Matrix für einen idealen Polarisator (totale Polarisation in x-Richtung) ergibt sich zu:

$$P = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (3.21)$$

Der PEM zählt zu den phasenschiebenden Elementen. Deren Matrix lautet:

$$PEM = \begin{pmatrix} e^{i\varphi_x} & 0 \\ 0 & e^{i\varphi_y} \end{pmatrix} = e^{i\varphi_y} \begin{pmatrix} e^{i\Delta\varphi} & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{mit } \Delta\varphi = \varphi_x - \varphi_y \quad (3.22)$$

Beim PEM wird die Phasendifferenz $\Delta\varphi$ periodisch geändert. Dadurch kommt es zu einer zeitlichen Modulation des Polarisationszustandes des transmittierten Lichts. Ein PEM besteht aus einem optisch isotropen Material. Durch externe mechanische Spannungen wird Doppelbrechung induziert. Die Spannung wird dabei zeitlich variiert, so daß auch die Doppelbrechung (und damit die Phasendifferenz) zeitlich moduliert ist. Um definierte Verhältnisse zu schaffen, wird die Spannung elektronisch so geregelt, daß sich die Phasendifferenz harmonisch mit der Frequenz ω_{mod} ändert. Es gilt somit:

$$\Delta\varphi = \delta_m \sin(\omega_{mod} t) \quad (3.23)$$

Die Größen δ_m werden als die Amplitude der Retardierung und ω_{mod} als die Modulationsfrequenz bezeichnet.

Die Probe wird durch ihre Reflexionskoeffizienten r_a und r_b repräsentiert. Die zugehörigen Kristallachsen stehen senkrecht aufeinander. Deshalb kann für die Probe folgende Matrix angesetzt werden:

$$R = \begin{pmatrix} r_a & 0 \\ 0 & r_b \end{pmatrix} \quad (3.24)$$

Mit dem Jones-Formalismus kann nun der Feldstärkevektor \vec{E}_{OUT} in Abhängigkeit vom Feldstärkevektor \vec{E}_{IN} vor dem Durchlaufen aller optischen Elemente und den einzelnen Komponenten berechnet werden. Dazu müssen die jeweiligen Matrizen nacheinander multipliziert werden, und zwar in der Reihenfolge wie sie im Strahlengang stehen. Als Grundlage dient der Aufbau aus Abbildung 3.8. Die Rechnung beginnt mit dem Polarisator, der ersten, die Polarisation des Lichts beeinflussenden Komponente. Anschließend steht die Probe, deren Anisotropieachsen um 45° bezüglich den Polarisatorhauptachsen verdreht sind. Demzufolge muß die entsprechende Matrix mit Drehmatrizen versehen werden. Damit ergibt sich für die Probe die Matrix

$$R(45^\circ) = D(-45^\circ)RD(45^\circ) = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} r_a + r_b & r_a - r_b \\ r_a - r_b & r_a + r_b \end{pmatrix} \quad (3.25)$$

Diese Matrix läßt sich auch in Einheiten von Δr und \bar{r} schreiben:

$$R(45^\circ) = \begin{pmatrix} \bar{r} & \Delta r/2 \\ \Delta r/2 & \bar{r} \end{pmatrix} \quad (3.26)$$

Danach folgen der PEM mit obiger Matrix und ein um 45° verdrehter Polarisator mit der Matrix

$$P(45^\circ) = PD(45^\circ) = \begin{pmatrix} \cos \alpha & \sin \alpha \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (3.27)$$

Ein Zurückdrehen in das ursprüngliche Koordinatensystem ist nicht notwendig, da im Anschluß nur die Intensität von weiterem Interesse ist. Der Feldstärkevektor \vec{E}_{OUT} berechnet sich demnach wie folgt

$$\vec{E}_{OUT} = P(45^\circ)PEMR(45^\circ) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \vec{E}_{IN} \quad (3.28)$$

$$\vec{E}_{OUT} = \begin{pmatrix} 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} \\ 0 & 0 \end{pmatrix} e^{i\varphi_y} \begin{pmatrix} e^{i\Delta\varphi} & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \bar{r} & \Delta r/2 \\ \Delta r/2 & \bar{r} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \vec{E}_{IN} \quad (3.29)$$

Wird die RAS-Anlage an einer UHV- oder Wachstums- (z. B. MOCVD) Kammer betrieben, durchläuft der Lichtstrahl zweimal ein Kammerfenster. Das erste Mal vor der Reflexion an der Probe, das zweite Mal unmittelbar nach der Reflexion. In unserem experimentellen Aufbau steht ein verspannungsarmes Fenster zur Verfügung. Deshalb kann der Einfluß in erster Näherung vernachlässigt werden. Ist dies nicht der Fall, muß in einem Experiment das Matricelement für das Fenster bestimmt werden. Dazu muß das RAS-Spektrum einer bekannten Probe ohne und mit Fenster gemessen werden.

Intensitätssignal

Über den Jones-Formalismus ist der Feldstärkevektor \vec{E}_{OUT} berechnet worden. Die Intensität ergibt sich durch Multiplikation von \vec{E}_{OUT} mit dem konjugiert komplexen Wert \vec{E}_{OUT}^* . Somit erhält man:

$$I_{OUT} = \frac{|\vec{r}|^2}{2} \left(1 + \frac{1}{4} \left| \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right|^2 + \operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} \cos(\Delta\varphi) + \operatorname{Im} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} \sin(\Delta\varphi) \right) I_{IN} \quad (3.30)$$

Zur weiteren Auswertung muß $\Delta\varphi = \delta_m \sin(\omega_{mod}t)$ in eine Fourierreihe entwickelt werden. Da meist nur die Grundwelle und die erste Oberwelle im Signal (ω_{mod} , $2\omega_{mod}$) ausgewertet werden, kann die Reihenentwicklung nach den ersten Gliedern abgebrochen werden.

$$\cos(\Delta\varphi) = J_0(\delta_m) + 2J_2(\delta_m) \cos(2\omega_{mod}) + \dots \quad (3.31)$$

$$\sin(\Delta\varphi) = 2J_1(\delta_m) \sin(\omega_{mod}) + \dots \quad (3.32)$$

J_i sind die Besselfunktionen erster Gattung und i -ter Ordnung. Werden diese Gleichungen in 3.30 eingesetzt, kann I_{OUT} in drei Basiskomponenten zerlegt werden. Folglich besteht das elektronische Signal (Spannung) des Detektors aus einer frequenzunabhängigen Komponente DC und zwei Wechselspannungskomponenten mit den Amplituden AC_{1f} und AC_{2f} .

$$DC = \frac{|\vec{r}|^2}{2} I_{IN} \left(1 + \frac{1}{4} \left| \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right|^2 + J_0(\delta_m) \operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} \right) \quad (3.33)$$

$$AC_{1f} = \frac{|\vec{r}|^2}{2} I_{IN} \left(2J_1(\delta_m) \operatorname{Im} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} \right) \quad (3.34)$$

$$AC_{2f} = \frac{|\vec{r}|^2}{2} I_{IN} \left(2J_2(\delta_m) \operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} \right) \quad (3.35)$$

Der Intensitätsfaktor $\frac{|\vec{r}|^2}{2} I_{IN}$ enthält die Apparatefunktion, welche die spektrale Emissionscharakteristik der Lichtquelle, das Transmissionsverhalten der optischen Elemente und die Empfindlichkeit des Detektors einschließt, und den Mittelwert der Reflexionskoeffizienten der Probe. Durch Quotientenbildung läßt er sich eliminieren. Dadurch sind sowohl der Realteil $\operatorname{Re}\left\{\frac{\Delta r}{\vec{r}}\right\}$ als auch der Imaginärteil $\operatorname{Im}\left\{\frac{\Delta r}{\vec{r}}\right\}$ nur von den Spannungen DC , AC_{1f} und AC_{2f} abhängig. Sie ergeben sich zu:

$$\operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} = \frac{a \pm \sqrt{a^2 - \frac{1}{4}(1+b^2)}}{\frac{1}{4}(1+b^2)} \quad (3.36)$$

$$\operatorname{Im} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} = b \operatorname{Re} \left\{ \frac{\Delta r}{\vec{r}} \right\} \quad (3.37)$$

mit

$$a = J_2(\delta_m) \frac{DC}{AC_{2f}} - \frac{1}{2} J_0(\delta_m) \quad \text{und} \quad b = \frac{J_2(\delta_m)}{J_1(\delta_m)} \frac{AC_{1f}}{AC_{2f}} \quad (3.38)$$

3.5 Beugung langsamer Elektronen (LEED)

Die Beugung langsamer Elektronen ist eine Standardmethode zur qualitativen und quantitativen Bestimmung der räumlichen Anordnung der Oberflächenatome. Erste Experimente wurden 1925-27 von Davisson und Germer [59] durchgeführt. Bei LEED werden monoenergetische Elektronen mit kinetischen Energien von 10...500 eV an den Oberflächenatomen gestreut. Derartige Elektronen verhalten sich wie eine Welle mit einer de Broglie-Wellenlänge λ .

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e E_0}} \quad (3.39)$$

Die Wellenlänge liegt im Bereich von 4...0,5 Å, also in der Größenordnung der interatomaren Abstände. Dadurch treten bei der kohärenten Streuung der Elektronen an den Gitterebenen Beugungserscheinungen auf, welche auf einem Fluoreszenzschirm sichtbar gemacht werden. Die Informationstiefe von LEED ist auf der obersten Atomlagen (5...10 Å) beschränkt, da die Elektronen mit hohem Wechselwirkungsquerschnitt an den Atomrümpfen elastisch gestreut werden und stark inelastisch mit den Festkörperelektronen wechselwirken.

Die Oberfläche eines Kristallgitters wird durch ein zweidimensionales periodisches Gitter mit den Basisvektoren \vec{a}_1, \vec{a}_2 beschrieben. Die zugehörigen reziproken Gittervektoren \vec{a}_1^*, \vec{a}_2^* ergeben sich zu

$$\vec{a}_i^* \vec{a}_j = 2\pi \delta_{ij} \quad i, j = 1, 2 \quad (3.40)$$

Jeder Gitterpunkt des reziproken Gitters kann in folgender Form dargestellt werden,

$$\vec{g}_{hk} = h\vec{a}_1^* + k\vec{a}_2^* \quad h, k \dots \text{ganzzahlig} \quad (3.41)$$

Der einfallende Elektronenstrahl läßt sich durch eine ebene Welle beschreiben,

$$\psi_0 = A_0 \exp(i\vec{k}_0 \vec{r}) \quad (3.42)$$

wobei gilt

$$E_0 = \frac{\hbar^2 \vec{k}_0^2}{2m_e} \quad (3.43)$$

Die gebeugten Elektronen (E, \vec{k}) müssen die Bedingung der elastischen Streuung erfüllen:

$$E = E_0, \quad |\vec{k}| = |\vec{k}_0| \quad (3.44)$$

Hinzu kommt noch die Bedingung für die Impulskomponente parallel zur Oberfläche ($\vec{k}_0^{\parallel}, \vec{k}^{\parallel}$). An der Oberfläche sind infolge des periodischen Potentials die Elektronenzustände $(\vec{k} + \vec{g})$ mit \vec{g} als beliebigen reziproken Gittervektor des zweidimensionalen Oberflächengitters nicht unterscheidbar. Es gilt folglich

$$\vec{k}^{\parallel} = \vec{k}_0^{\parallel} + \vec{g}_{hk} \quad (3.45)$$

Die Gleichungen 3.44 und 3.45 bilden die Laueschen Interferenzbedingungen für die Beugung am zweidimensionalen Gitter. Die möglichen Beugungsrichtungen lassen sich anschaulich in der Ewaldkonstruktion darstellen. Abbildung 3.9 zeigt die Ewaldkonstruktion für eine Dimension.

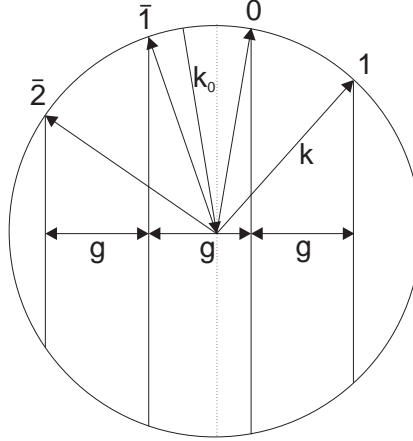


Abbildung 3.9: Ewaldkonstruktion für ein eindimensionales Gitter, Radius= $2\pi/\lambda$

LEED hat das Ziel, Oberflächenstrukturen zu ermitteln. Häufig bilden sich auf der Oberfläche Überstrukturen, die durch Oberflächenrekonstruktion oder durch Adsorbate hervorgerufen werden. Zur eindeutigen Bezeichnung einer Überstruktur wird ein Bezug benötigt. Als Bezugsstruktur einer Oberfläche dient die parallel zu ihr liegende Volumen- bzw. Substratstruktur. Die Elementarmasche der Überstruktur unterscheidet sich im allgemeinen von der des Substrates. Der erste Schritt bei der Auswertung eines LEED-Bildes besteht in der geometrischen Analyse der Beugungsreflexe und dem Vergleich der daraus ableitbaren Elementarmasche mit der des Substrates. Daraus läßt sich die Überstruktur ermitteln. Meist, wie auch in dieser Arbeit, wird die Woodsche Notation zur Beschreibung der Überstruktur verwendet. Zur Charakterisierung der Oberflächenstruktur werden die Längen der beiden Basisvektoren des Oberflächengitters, der Winkel zwischen diesen beiden Basisvektoren und der Winkel der Überstruktur bezüglich dem Substrat benötigt.

Der Elektronenstrahl hat eine Winkeldivergenz von 2β und erfaßt einen makroskopischen Oberflächenbereich der Probe. Die Elektronen besitzen eine Energieverteilung mit der energetischen Breite ΔE , da der Strahl nie ganz monoenergetisch ist. Daraus läßt sich ableiten, welchen Abstand R zwei Streuzentren maximal haben dürfen, damit ihre Streuwellen noch interferieren. Die Kohärenzlänge kann folgendermaßen abgeschätzt werden [60]:

$$R \approx \frac{\lambda}{2\beta\sqrt{1 + \left(\frac{\Delta E}{E}\right)^2}} \quad (3.46)$$

Für eine Strahlenergie von 100 eV ergibt sich eine Kohärenzzone von rund 10^4 \AA^2 . Treten in der Kohärenzzone gegeneinander verdrehte oder unterschiedliche Elementarmaschen auf, dann liegen Domänen vor. Deren LEED-Reflexe überlagern sich unabhängig, wenn die Domänen größer als die Kohärenzzone sind. Bei Strukturen kleiner als die Kohärenzzone (Inselstrukturen, gestufte Oberflächen) entstehen Interferenzen. Dies führt zu einer

Verbreiterung der Reflexe.

Zur vollständigen Strukturbestimmung müssen Intensitäts-Energie-Kurven (I-V- Messungen) aufgenommen werden. Zur Auswertung kann auf kinematische Rechnungen [60], dynamische Rechnungen [60, 61] und Tensor-LEED-Verfahren [8, 9, 62] zurückgegriffen werden. Die kinematische Näherung geht lediglich von Einfachstreuprozessen für die Entstehung des Beugungsbildes aus. Sie ermöglicht mit relativ geringem Aufwand eine Abschätzung für komplexe Oberflächenstrukturen. Genauere Ergebnisse liefern die dynamischen Näherungen, da sie Vielfachstreuprozesse und unelastische Prozesse (Absorption von Energie) mit einschließen. Das Tensor-LEED-Verfahren basiert auf einer Störungsrechnung. Um Aussagen über die dreidimensionale Anordnung der Oberflächenatome machen zu können, ist eine Analyse der Intensitätsverteilung der gestreuten Elektronen (Spot Profile Analysis) nötig. Außerdem lassen sich dadurch Informationen über Oberflächen-defekte gewinnen.

Kapitel 4

Experimenteller Aufbau und Durchführung

4.1 3C-SiC-Wafermaterialien

Für die Untersuchungen standen zwei verschiedene Wafertypen zur Verfügung. Zum einen war dies ein Wafer der Firma Hoya (Durchmesser 15 cm). Zum anderen handelte es sich um einen Wafer der Firma Cree (Durchmesser ca. 30 mm). In beiden Fällen war das kubische SiC als Epilayer auf ein Si(001)-Substrat aufgewachsen. Das Substrat wurde beim Wachstumsprozeß um 4° bzw. $3,5^\circ$ gegen die [110]-Richtung orientiert (off-axis Verfahren), um die Anzahl von Wachstumsfehlern zu reduzieren. Beide Firmen verwendeten die chemische Gasphasenepitaxie als Wachstumsverfahren. Die Kenngrößen für die beiden Wafer sind detailliert im Anhang B aufgeführt.

3C-SiC-Wafer von Hoya

Das auf das Si-Substrat aufgewachsene kubische SiC ist 382 nm (laut Hersteller) dick. Diese Dicke wurde durch eine IR-Messung, welche 380 nm ergab, bestätigt. Das SiC ist infolge des Wachstumsprozesses n-dotiert (unbeabsichtigte Dotierung $>6,5 \cdot 10^{16}/\text{cm}^3$). Der spezifische Schichtwiderstand beträgt $0,02 \dots 0,12 \Omega\text{cm}$. Das Si-Substrat hat eine Dicke von $625 \mu\text{m}$ und einen spezifischen Widerstand von $>1000 \Omega\text{cm}$. Der Wafer zeigte aufgrund seiner Größe eine deutliche Krümmung, die durch Spannungen infolge der Gitterfehlanpassung zwischen 3C-SiC und Si erzeugt wurde. Um die Größenordnung der Krümmung abschätzen zu können, wurde der Wafer vor der Spaltung in kleine Probenstücke mit einem Oberflächenprofilmeßgerät (Dektak3 Veeco Sloan Technology) ausgemessen. Der maximale Abtastweg der Apparatur betrug 3 cm, weshalb der Wafer nur ausschnittsweise vermessen werden konnte. Der Krümmungsradius R des Wafers betrug im Mittel ca. 250 m. Über folgende Gleichung [65]

$$\sigma = \frac{E}{6(1-\nu)} \frac{h^2}{Rt} \quad (4.1)$$

mit dem biaxialen Elastizitätsmodul $\frac{E}{1-\nu}$ ($1,805 \times 10^{11}$ Pa für Si(001)), der Substratdicke h und der Filmdicke t kann damit die Filmspannung zu 123 MPa berechnet werden.

3C-SiC-Wafer von Cree

Dieser Wafer unterscheidet sich in seinen Eigenschaften deutlich von dem Hoya-Wafer. Das Si-Substrat ist $355\text{ }\mu\text{m}$ dick und n-leitend. Der spezifische Widerstand ist wesentlich geringer und beträgt $0,005\text{ }\Omega\text{cm}$. Auf das Si-Substrat wurden zwei 3C-SiC(001)-Epilayer gewachsen, eine $2\text{ }\mu\text{m}$ dicke n-dotierte Schicht und darauf eine $3\text{ }\mu\text{m}$ dicke p-dotierte Schicht. In beiden Schichten liegt die Dotierung in Bereich $10^{16}/\text{cm}^3$.

4.2 Präparation der Proben

4.2.1 Probenherstellung und Präparationsmethoden

Bevor am 3C-SiC Messungen durchgeführt werden konnten, war es wichtig, die Proben entsprechend den apparativen Gegebenheiten zuzuschneiden und geeignet zu präparieren. Zunächst wurden die Proben mit Hilfe eines Diamantschneiders aus dem Wafer gebrochen. Dabei diente die Hauptphase am Wafer zur Orientierung der Proben. Diese ist senkrecht zur Hauptbruchrichtung – der $[110]$ -Richtung – angebracht. Die Proben stellten sich wie in Abbildung 4.1 dar. Die genaue Kenntnis der Probenorientierung ist insbesondere für die Auswertung der ARUPS-Spektren von entscheidender Bedeutung. Eine exakte Ausrichtung der Probe kann vor den ARUPS-Messungen anhand des LEED-Bildes vorgenommen werden.

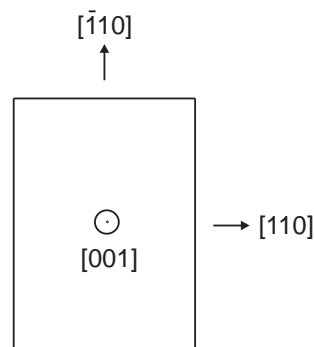


Abbildung 4.1: Orientierung der Probe bezüglich der Kristallrichtungen

Anschließend wurden die Proben gereinigt. Dabei fand eine Entfettungsprozedur Anwendung, bei welcher die Proben nacheinander in folgenden drei Lösungsmitteln im Ultraschallbad gesäubert wurden:

- Trichlorethylen (3 min)
- Methanol (3 min)
- Aceton (5 min)

Danach wurden die Proben mit destilliertem Wasser gespült und im Stickstoff-Strahl getrocknet. Im Anschluß daran erfolgte der Transfer ins Ultrahochvakuum (UHV). In der UHV-Kammer fand die weitere Probenpräparation statt. Dabei sollten gezielt bestimmte Oberflächenrekonstruktionen eingestellt werden. Es wurde sowohl die Präparation mittels Heizen als auch die mittels Heizen mit gleichzeitigem oder vorherigem Aufdampfen von

Si benutzt (Kapitel 2.3). Die Siliziumquelle bestand aus einem $1,5\text{ mm} \times 1,5\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ großen reinen Si-Stück, welches mit Tantalblech an einer Keramikstromdurchführung befestigt wurde. Sie hatte zur Probe einen Abstand von ca. 10 cm. Die Beschaltung ist im Anhang C zu finden. 1 cm vor dem Si war eine Blende aus Ta-Blech mit einer Öffnung von 5 mm im Durchmesser angebracht. Das Heizen der Probe wurde mittels Elektronenstoßheizung oder über eine direkte Heizung realisiert. Die Unterschiede sowie die Vor- und Nachteile dieser beiden Verfahren werden im folgenden Kapitel erläutert.

4.2.2 Tempervverfahren

Um die gewünschten Rekonstruktionen des 3C-SiC(001) erzielen zu können, werden Temperaturen bis zu 1200°C benötigt. Bei den Experimenten wurde zuerst mit der in der UHV-Kammer eingebauten Elektronenstoßheizung gearbeitet. Abbildung 4.2 a) zeigt deren Aufbau. Durch ein Filament (thorisiertes Wolfram, Durchmesser $100\text{ }\mu\text{m}$) fließt ein

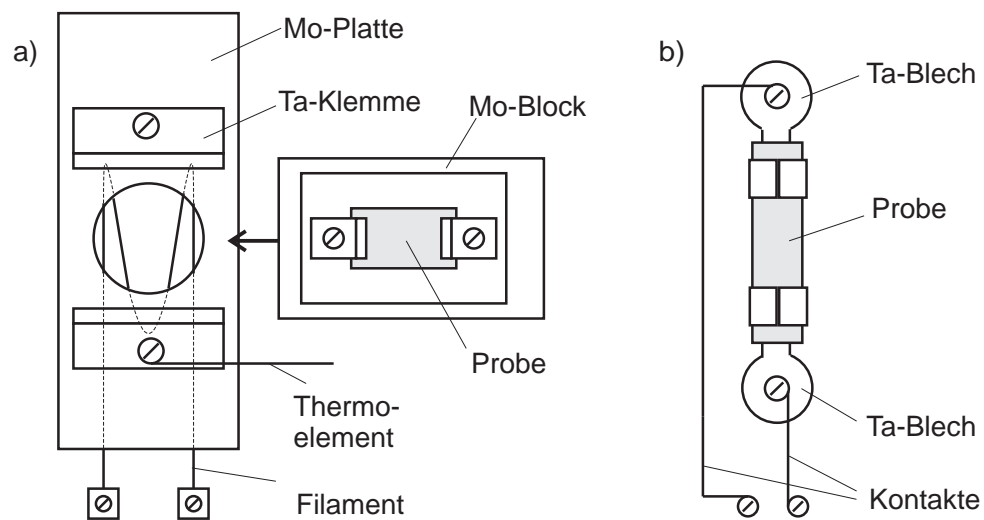


Abbildung 4.2: Aufbau der a) Elektronenstoßheizung sowie der b) direkten Heizung

Strom (max. 1,8 A). Dadurch werden aus dem Filament Elektronen ausgelöst und durch Anlegen einer Spannung zwischen dem Filament und der darüber befindlichen Mo-Platte zur Mo-Platte hin beschleunigt. Direkt auf der Mo-Platte sind Ta-Klemmen befestigt, unter welche der Mo-Block mit der Probe geschoben werden kann. Die beschleunigten Elektronen treffen somit auf den Mo-Block und erwärmen diesen. Durch Wärmestrahlung wird damit auch die Probe geheizt. Da die Probe zumeist nur punktuell auf dem Mo-Block aufliegt, läßt sich auf der Probe keine homogene Temperaturverteilung erreichen. Diese ist jedoch für das Erzeugen gleichmäßig rekonstruierter Oberflächen notwendig. Bei dieser Heizmethode werden relativ kleine Proben verwendet (ca. $5\text{ mm} \times 6\text{ mm}$), um die Inhomogenitäten beim Tempern gering zu halten. Der zur Verfügung stehende Heizer war nur für maximal $1100\text{--}1200^\circ\text{C}$ ausgelegt und erwies sich als sehr empfindlich für durch die Präparation entstehende elektrische Kurzschlüsse.

Aus diesen Gründen wurde nach einer weiteren Heizmethode gesucht. Dabei wurde auf das für SiC weit verbreitete Verfahren der direkten Heizung zurückgegriffen. Der prinzipielle Aufbau einer solchen Heizung ist sehr einfach und in Abbildung 4.2 b) zu sehen.

Die Probe wird durch zwei Ta-Klemmen gehalten. Diese dienen gleichzeitig als Kontakte über die bei angelegter Spannung ein Strom durch die Probe fließen kann. Als elektrische Leitungen können die von der Elektronenstoßheizung vorhandenen Zuleitungen und Durchführungen in die UHV-Kammer genutzt werden. Je nach der Größe des Widerstandes der Probe, kann die Probe mit oder ohne vorherigen Zündvorgang geheizt werden. Die zum Erreichen einer bestimmten Probertemperatur erforderliche Stromstärke ist ebenfalls probenabhängig (abhängig von der stromdurchflossenen Länge der Probe, dem Probenquerschnitt). Der größte Nachteil ist der aufwendige Transport der Probe ins UHV. Als vorteilhaft erwies sich die homogenere Temperaturverteilung auf der Probe beim Heizen. Außerdem konnte ein niedrigerer Kammerdruck erzielt werden, da nahezu ausschließlich die Probe und kaum die Umgebung mit geheizt wurde.

4.3 Das Oberflächenanalysesystem

4.3.1 Die Gesamtapparatur

Die verwendete Anlage ist eine Apparatur zur Oberflächenanalyse von Fisons Instruments (ARUPS10). Die wesentlichen Komponenten sind in zwei Ebenen angeordnet. In der oberen Ebene befinden sich das Transfersystem mit dem Wobble-Stick und der Schleusenkammer, die Druckmeßröhre und das LEED-System. Die untere Ebene stellt die eigentliche Untersuchungsebene dar. Sie ist in Abbildung 4.3 veranschaulicht und setzt sich aus folgenden Kernbestandteilen zusammen:

- He- Gasentladungslampe
- Elektronenenergieanalysator
- RAS-Apparatur mit nahezu spannungsfreiem Fenster
- Si-Quelle

Das UHV wird durch ein dafür ausgelegtes Pumpensystem erzeugt. Es besteht aus einer Drehschieberpumpe (Edwards E1/E2M8) und einer Turbomolekularpumpe (Balzers TPU240), welche die Hauptkammer durch die Schleusenkammer abpumpen. Eine Ionengetterpumpe (Varian VacIon Plus 300) sowie eine Titansublimationspumpe (VG) sind direkt an der Hauptkammer angeschlossen. Die Turbomolekular- und eine weitere Drehschieberpumpe (Edwards E1/E2M5) dienen außerdem als differentielle Pumpstufen für die He-Lampe.

Die Druckmessung wird durch Pirani-Meßröhren (VG PVG5KF/PVGM5KF) realisiert. Diese wurden bei einem Ionisationsstrom von 1 mA betrieben. Nach dem Ausheizen der Apparatur, dem Ausgasen aller Komponenten und wiederholtem Einsatz der Titansublimationspumpe wurde ein Basisdruck von 3×10^{-10} mbar erreicht. Dieser stieg nach längerem Betrieb der He-Lampe auf 1×10^{-9} mbar an.

4.3.2 ARUPS-System

Die Hauptkomponenten sind die He-Gasentladungslampe als Photonenquelle und die ARUPS10 (VG) zur Detektion und Energieanalyse der aus der Probe herausgelösten

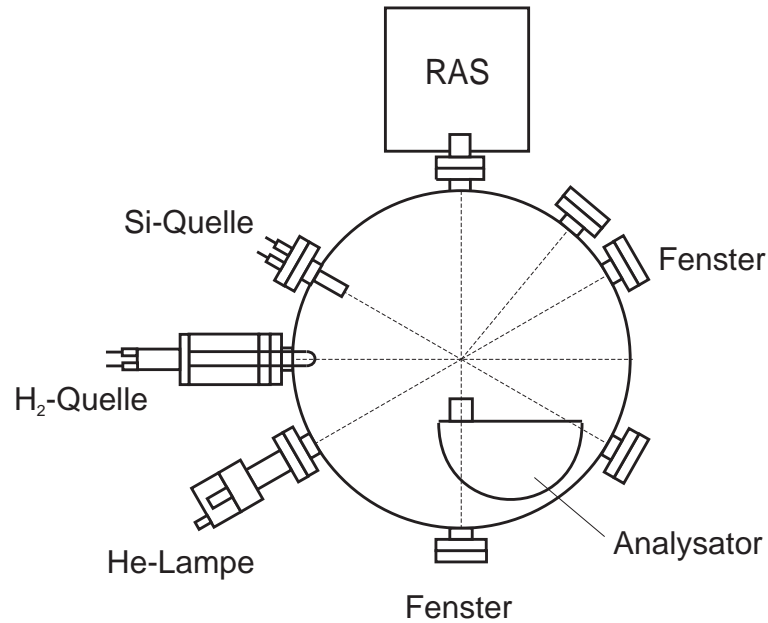


Abbildung 4.3: Untersuchungsebene der Gesamtapparatur (Draufsicht)

Elektronen. Die Lampe wird mit He 5.0 betrieben und ist primär für die Nutzung der HeI-Linie konzipiert. Bei ausreichend reinem He kann durch Senkung des Gasdruckes auch die HeII-Linie für ARUPS-Messungen bereitgestellt werden. Die Entladung erfolgt in einer Quarzkapillare, an welche zwei differentielle Pumpstufen angeschlossen sind. Dadurch bleibt der Analysator unter gutem Vakuum, auch wenn die Lampe in Betrieb ist. Bei dem ARUPS10-Analysator handelt es sich um einen sphärischen 180°-Analysator. Dieser hat einen mittleren Radius von 75 mm, einen Zwischenraum zwischen Innen- und Außenkugel von 30 mm und einen Ein- bzw. Austrittsspalt von jeweils 1 mm. Er ist auf ein 2-Achsen-Goniometer montiert und dadurch in polarer und azimuthaler Richtung bewegbar. Der Analysator kann mit verschiedenen Linsenmodi betrieben werden, die den jeweiligen Akzeptanzwinkel für die zu detektierenden Elektronen begrenzen. Die Messungen wurden entweder mit Linse 1 (Akzeptanzwinkel $\pm 1,2^\circ$) oder Linse 4 (Akzeptanzwinkel $\pm 2,0^\circ$) durchgeführt. Als Passenergie wurde 15 eV gewählt, um genügend Intensität am Einkanal-Elektronenvervielfacher zu gewährleisten. Diese Passenergie entspricht einer Halbwertsbreite von 120 meV. Diese Auflösung wurde an Xe-Gas gemessen.

Ziel einer optimalen Justage ist es, die Probe exakt in der UHV-Kammermitte zu positionieren. Zu diesem Zweck wird zuerst die He-Lampe so justiert, daß ihr Licht mittig durch das gegenüberliegende Fenster tritt. Danach wird der Analysator so vor dasselbe Fenster gefahren, so daß das Licht das Justageloch des Analysators passieren kann. Im nächsten Schritt wurde ein Laserstrahl derart justiert, daß er mittig durch die UHV-Kammer verlief. Anschließend konnte die Probe in die Untersuchungsebene gefahren werden. Sie wurde so positioniert, daß der Laserstrahl die Probenmitte traf und sie sich im Schnittpunkt des Lichtkegels der He-Lampe und des Lasers befand. Das Licht der He-Lampe fiel unter einem Winkel von 30° auf die Probe.

4.3.3 RAS-Apparatur

Experimenteller Aufbau der RAS

In diesem Abschnitt soll auf die experimentelle Umsetzung der Methode der RAS genauer eingegangen werden. In Abbildung 4.4 ist der Strahlengang bei der RAS dargestellt.

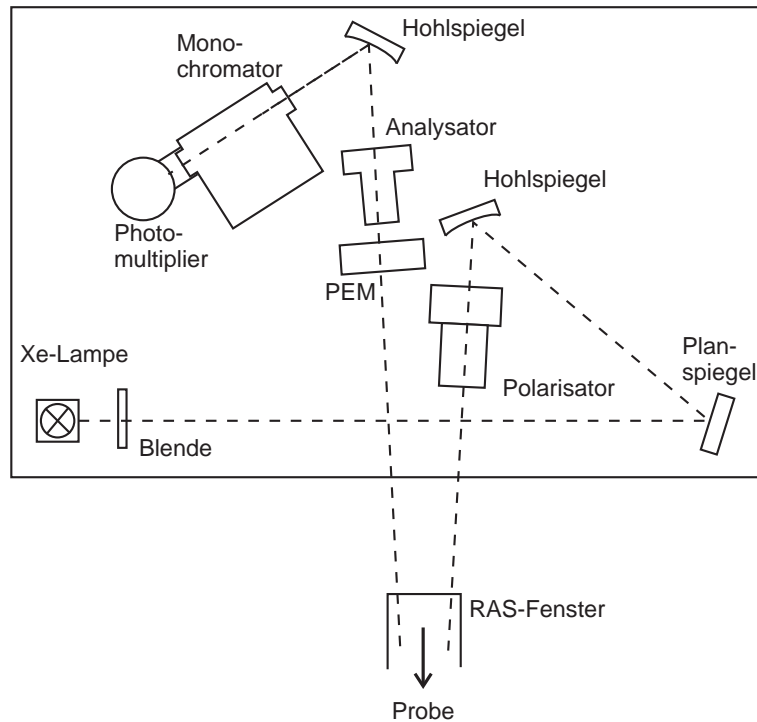


Abbildung 4.4: Strahlengang bei der RAS für Messungen an der ARUPS-Kammer

Dieser Aufbau läßt sich in vier funktionelle Komplexe unterteilen:

- Polarisierte Lichtquelle

Diese wird aus der Xe-Hochdrucklampe (Hamamatsu L2174) und dem Polarisator (Glan-Air UV, EPA Aachen) gebildet. Das aus dem Polarisator austretende Licht ist bezüglich der Einfallsebene der Probe s-polarisiert. Die RAS-Spektren werden im Spektralbereich von 1,5...5,5 eV aufgenommen. Die Lampe liefert dort genügend Intensität. Bei Photonenenergien über 5,5 eV nimmt die Intensität jedoch stark ab, so daß in diesem Bereich nur Messungen an stark reflektierenden Proben möglich sind, da sonst die Verstärkung des Detektors bzw. des Lock-in-Verstärkers nicht ausreichend ist. Bei 1,5 eV besitzt das Lampenspektrum ein starkes Maximum (Xe-Linie). Ein weiteres Maximum liegt bei 2,66 eV. Der Polarisator ist nach dem Glan-Air-Prinzip aufgebaut. Er besteht aus zwei Kalkspatkristallen, zwischen denen sich ein Luftspalt befindet. Eine Komponente des Lichts wird an der Grenzfläche Kalkspat-Luft totalreflektiert, die andere Komponente wird hindurchgelassen. Damit der Polarisator auch für Untersuchungen im UV-Bereich genutzt werden kann, wurde ein spezieller, hochreiner, besonders homogener und streufreier Kalkspat verwendet. Bei diesem liegt die Transmission im Energiebereich zwischen 1,5 eV und 3 eV bei mehr als 50%. Für Energien größer als 4,4 eV sinkt sie durch Absorption unter 20%. Somit begrenzt auch der Polarisator den Meßbereich zu höheren Energien hin.

- Probe

Das vom Polarisator kommende s-polarisierte Licht trifft unter nahezu rechtem Winkel auf die Probe und wird von dieser reflektiert. Die Probe ist dabei in der in Abbildung 3.7 dargestellten Weise angeordnet. Richtung a entspricht der $[\bar{1}10]$ -Richtung, Richtung b der $[110]$ -Richtung. Diese Festlegung dient gleichzeitig der Definition des Vorzeichens des RAS-Signals. Sie basiert auf der Vorzeichenregelung für Messungen am Si(110). Die Si-Dimere zeigen dort in Richtung $[\bar{1}10]$, also in Richtung a. Ist die Probe optisch anisotrop, ändert sich durch die Reflexion des Lichtes an der Probe der Polarisationszustand des Lichtes.

- Analyseeinheit

Dazu zählen der Photoelastische Modulator (PEM) (Hinds Instruments PEM-90) und der Analysator, welcher wiederum ein Polarisator nach dem Glan-Air-Prinzip ist. In dieser Einheit werden die in der Polarisationsellipse des reflektierten Lichts enthaltenen Informationen in ein amplitudenmoduliertes Signal gewandelt. Der PEM besteht aus einem transparenten Material (fused silica), an dem ein piezoelektrischer Transducer befestigt ist. Durch die Anregung des Transducers schwingt das optische Element in einer Richtung und es entsteht oszillierende Doppelbrechung. Verschieden linear polarisiertes Licht hat unterschiedliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten, wenn es das optische Element passiert. Dadurch moduliert der PEM das an der Probe reflektierte Licht in der Phase mit einer Frequenz von ca. 50 kHz. Anschließend trifft das Licht auf den Analysator, durch den die Amplitudenmodulation erfolgt. Die Hauptachsen des Polarisators sind gegenüber denen des PEM um 45° gedreht.

- Detektor

Die Detektoreinheit besteht im hier verwendeten Aufbau aus dem Monochromator (Jobin Yvon H10UV) und dem Photomultiplier (PM-Röhre: Hamamatsu R955, PM-Meßkopf: Seefelder Meßtechnik MEA 1530 SF-V3D). Der Monochromator ist für den Spektralbereich von 200 nm (6,2 eV) bis 750 nm (1,65 eV) optimiert. Die Bandbreite des Monochromators kann mit der Formel [63]

$$\Delta\lambda = \frac{wd \cos \theta}{fm} \quad (4.2)$$

abgeschätzt werden. Dabei ist w die Spaltbreite, d der Abstand zwischen zwei Gitterlinien, θ der Ausfallswinkel, f die Brennweite und m die Ordnung des gebeugten Lichts. Diese Werte lassen sich wie folgt ansetzen: $w=1$ mm, $d=1/1200$ mm, $\theta=45^\circ$, $f=100$ mm und $m=1$. Damit ergibt sich die Bandbreite $\Delta\lambda$ zu ≈ 6 nm. Durch Umrechnung auf die Energieskala mit

$$\Delta E = \frac{e}{hc} E^2 \Delta\lambda \quad (4.3)$$

folgt für eine Energie von $E=3$ eV: $\Delta E \approx 40$ meV. Das aus dem Austrittsspalt des Monochromators austretende Licht trifft auf die Photokathode des direkt anmontierten Photomultipliers. Dieser detektiert die Intensität des ankommenden Lichts und wandelt diese zunächst in einen dazu proportionalen Strom um. Das Stromsignal wird anschließend im integrierten Strom-Spannungs-Wandler des PM-Meßkopfes in eine proportionale Spannung umgesetzt. Mit dem Photomultiplier kann auf der niederenergetischen Seite bis etwa 1,5 eV gearbeitet werden, wobei die Strahlungsempfindlichkeit unter 2 eV deutlich nachläßt.

Meßwerterfassung und Regelgrößen

Wie bereits oben beschrieben, entsteht das elektrische Signal im Photomultiplier. Es besteht aus einem Gleichspannungs- (DC) und einem Wechselspannungsanteil (AC), welcher bei entsprechendem Detektor die Grund- und alle Oberwellen der Modulationsfrequenz ω_{mod} enthält. Für die Ermittlung der RAS-Spektren werden nur die Grundwelle ($\omega_{mod}=1f$) und die erste Oberwelle ($2\omega_{mod}=2f$) benötigt (Kapitel 3.4.5). Das vom Photomultiplier kommende Spannungssignal wird an den Eingang des Lock-in-Verstärkers (LIA) (EG&G 5110) gelegt und gleichzeitig noch zu einem Tiefpaßfilter weitergeführt. Im Tiefpaßfilter wird der DC-Anteil vom Signal abgekoppelt. Der LIA verarbeitet die jeweils benötigten AC-Anteile. Als Besonderheit unserer RAS-Anordnung ist zu beachten, daß ein 2-Phasen-LIA verwendet wurde. Dieser besitzt zwei um 90° Phasenversatz verschobene Multiplizierer. Dadurch liefert er die Amplitude der Wechselspannung (als positive Größe) und die Phasendifferenz bezüglich der Referenzphase. Da für die Auswertung des RAS-Signals die vorzeichenbehaftete Wechselspannung erforderlich ist, muß das Vorzeichen nachträglich durch Auswertung der Phasendifferenz erlangt werden. Weitergehende Ausführungen dazu sind im Kapitel 4.4.2 enthalten.

Theoretisch sind 1f- und 2f-Messungen mit einem LIA möglich. In diesem Fall dürfen jedoch keine großen Unterschiede in den Amplituden der 1f- und 2f-Komponenten bestehen, da sonst die beiden Anteile nicht mit ähnlicher Empfindlichkeit gemessen werden können. Es ist ebenfalls denkbar, die 1f- und 2f-Messungen an jedem Meßpunkt unmittelbar nacheinander auszuführen. Allerdings müssen dann immer der LIA zwischen 1f- und 2f-Modus und der PEM zwischen verschiedenen Retardierungen umgeschaltet werden. Da die Einstellprozesse mit entsprechend langen Zeitkonstanten (mindestens 1 s) behaftet sind, verzögert das die Messung erheblich. Dies ist vor allem bei zeitaufgelösten Messungen ein großer Nachteil. Bei den Messungen am 3C-SiC(001) wurde jeweils nur der 2f-Anteil gemessen, da dies zur Bestimmung des Realteils $\{\frac{\Delta r}{r}\}$ ausreicht.

Das RAS-Steuerprogramm beinhaltet verschiedene Regelgrößen für die Meßwerterfassung. So können die Spannungsanteile an einem Meßpunkt mehrmals gemessen und danach der Mittelwert gebildet werden. Dadurch kann das Rauschen auf den Spektren verringert werden (Reduktion statistischer Einflüsse). Desweiteren kann die Verstärkung des Photomultipliers nachgeregelt werden, so daß auch bei geringer Signalintensität ausreichend große Spannungssignale erlangt werden können. Ohne diese Regelung lassen sich im niederenergetischen (1,5...2 eV) und im hochenergetischen (4,5...5,5 eV) Bereich keine aussagekräftigen Messungen durchführen. Desweiteren besteht die Möglichkeit, die Empfindlichkeit des LIAs während der Messung nachzuregeln. Dies ist jedoch nicht zu empfehlen, da dadurch ebenfalls die Filtereinstellungen des LIA geändert werden, was keine Vergleichbarkeit der Messung gewährt.

Justage der RAS

Die RAS-Apparatur fand zum ersten Mal an der UHV-Kammer Anwendung. Deshalb mußte sie zunächst an die räumlichen Gegebenheiten angepaßt werden, was einen Umbau jeder einzelnen Komponente erforderlich machte. Alle Komponenten mußten tiefergelegt werden, da der Lichtstrahl 7,5 cm über der RAS-Basisplatte verlaufen sollte. Bisher war die RAS-Apparatur für eine Strahlhöhe von 15 cm ausgelegt. Der Einfallswinkel des Lichtes auf die Probe (bezogen auf die Probennormale) mußte verkleinert werden, um einfallen-

den und reflektierten Strahl durch das Kammerfenster ein- bzw. austreten zu lassen. Er ist jetzt kleiner als 2° .

Das von der Xe-Lampe kommende Licht gelangt über einen Planspiegel auf einen sphärischen Hohlspiegel mit der Brennweite 32 cm. Von diesem wird es durch den Polarisator hindurch auf die Probe in der UHV-Kammer fokussiert. Das reflektierte Licht durchläuft anschließend den PEM und den Analysator und trifft auf einen sphärischen Hohlspiegel mit der Brennweite 9 cm. Dieser Spiegel fokussiert das Licht auf den Eintrittsspalt des Monochromators.

Wie frühere Messungen [54] gezeigt haben, ist die Justage des Polarisators entscheidend für die Meßbarkeit der RAS-Spektren. Seine Achse muß exakt parallel zu einer der Hauptachsen des PEM sein. Ist dies nicht der Fall, so wird das eigentliche RAS-Signal von einem starken Untergrund überdeckt. Die Grobjustage erfolgte zunächst mit dem Laser, die Feinjustage konnte nur mittels Lock-in-Verstärker durchgeführt werden. Dazu wurde eine Si(111)-Probe verwendet, da sie kein RAS-Signal liefert. Der Polarisator wurde dann solange mit einer Mikrometerschraube feinjustiert, bis das RAS-Signal minimal wurde. Eine Reduzierung auf Signal Null konnte aufgrund von Nichtidealitäten im Gesamtaufbau nicht erzielt werden. Für jedes einzelne Spektrum mußte an den Stellschrauben der Grundplatte und an den Feinjustageschrauben der Spiegelhalterungen auf maximale Signalintensität nachjustiert werden, da die Probenposition in der UHV-Kammer nach erneuter Präparation nicht exakt reproduzierbar war.

4.3.4 LEED-System

Bei dem vorhandenen LEED-System handelt es sich um eine Spectaleed-Optik der Firma Omicron. Es zählt zu den sog. „rear view“-LEED-Optiken. Das bedeutet, daß nur ein Fenster benötigt wird, da der Fluoreszenzschirm von hinten betrachtet werden kann. Dieses LEED-System besitzt eine 3-Gitter-Optik. Als Elektronenquelle wird ein LaB₆-Filament mit einem Durchmesser von 100 μm verwendet. Aus dem Filament werden Elektronen ausgelöst und zur Probe hin beschleunigt. Der vor dem Filament positionierte Wehneltzylinder dient als Blende. Die nachgeschalteten Elektronenlinsen erzeugen einen auf die Probe fokussierten Elektronenstrahl. Dieser trifft mit einer Energie von 10...500 eV senkrecht auf die Probe. Die an der Probe gebeugten Elektronen werden in Reflexion betrachtet. Sie durchlaufen mehrere Gitter und treffen anschließend auf den Fluoreszenzschirm. Dort erzeugen sie die LEED-Bilder.

Desweiteren bestand die Möglichkeit, die so gewonnenen LEED-Bilder mit einer Kamera (cohu Inc./ Electronics Division) aufzunehmen und danach mit dem Computer zu bearbeiten. Dies erfolgte über eine miroVIDEO DC1 clip-Videokarte. Im Anschluß daran konnten die LEED-Bilder mit entsprechenden Grafikprogrammen aufbereitet werden.

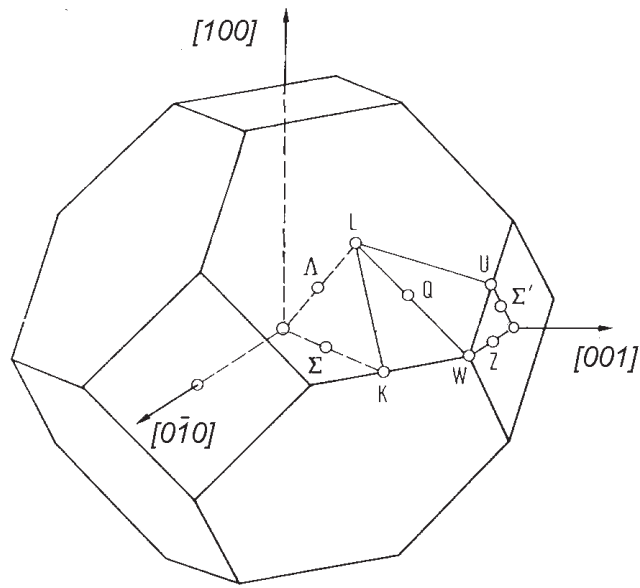


Abbildung 4.6: Volumenbrillouinzone von 3C-SiC

Abbildung 4.7 dargestellt und hat eine quadratische Form. Die Symmetriepunkte werden mit $\bar{\Gamma}$ (Zentrum der SBZ), \bar{X} und \bar{M} bezeichnet und haben die Positionen:

$$\bar{\Gamma} = \frac{2\pi}{g}(0, 0, 0) \quad \bar{X} = \frac{2\pi}{g}\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \bar{M} = \frac{2\pi}{g}(1, 0, 0)$$

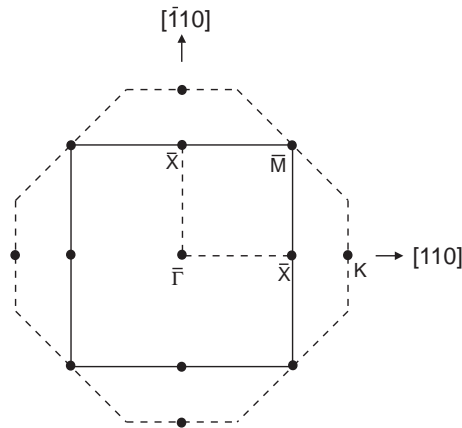


Abbildung 4.7: Oberflächenbrillouinzone für die ideale (001)-Oberfläche von 3C-SiC. Die projizierte Volumenbrillouinzone ist gestrichelt unterlegt

Diese SBZ entspricht einer (1x1)-Rekonstruktion der (001)-Oberfläche. Durch Rekonstruktion kann die Oberfläche jedoch ihre Symmetrie auch verändern. Dadurch entstehen für die (3x2)-, (2x1)- und die c(2x2)-Rekonstruktionen die in Abbildung 4.8 aufgeführten SBZ. Die Symmetriepunkte wurden entsprechend der üblichen Notation [10] gewählt. Für die (3x2)-Rekonstruktion wurde eine Bezeichnung festgelegt, da in der Literatur keine Angaben zur Verfügung standen.

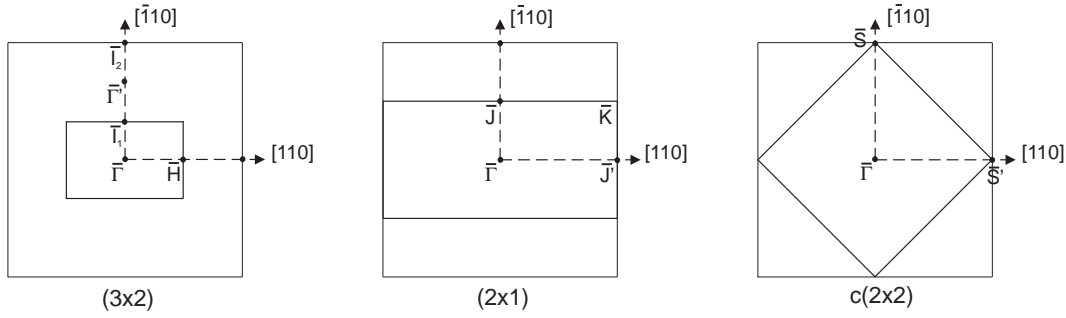


Abbildung 4.8: Oberflächenbrillouinzonen für verschiedene 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen

Auswertung der Photoemissionsspektren

Ziel der Messungen war die Ermittlung der jeweiligen Oberflächenbandstruktur für verschiedene Rekonstruktionen des kubischen SiC mittels winkelaufgelöster Photoelektronenspektroskopie. Daraus lassen sich rekonstruktionsspezifische Oberflächenzustände und Oberflächenresonanzen erkennen. In den Bandstrukturen sind für jeden elektronischen Zustand die Bindungsenergie E_B über dem Wellenvektor $k_{||}$ aufgetragen. Somit müssen aus den Photoemissionsspektren diese beiden Größen erlangt werden. Wie bereits im Abschnitt 3.3.3 festgestellt, befinden sich Analysator und Probe in gutem elektrischen Kontakt. Deshalb läßt sich folgende Gleichung für die energetischen Verhältnisse bei der Detektion eines Elektrons aufstellen (siehe auch Abbildung 3.6):

$$E_{kin,P} + \Phi_P = E_{kin,A} + \Phi_A \quad (4.4)$$

Im Analysator wird das Elektron mit der kinetischen Energie $E_{kin,A}$ gemessen. Gleichzeitig besitzt der Analysator eine Austrittsarbeit Φ_A . Diese wird von der Steuereinheit intern zur kinetischen Energie $E_{kin,A}$ addiert, so daß in den Spektren die Zählrate über der Summe aus $E_{kin,A}$ und Φ_A bzw. $E_{kin,P}$ und Φ_P dargestellt wird. Zur Bestimmung von $k_{||}$ wird jedoch nur die kinetische Energie $E_{kin,P}$ benötigt (Gleichung 3.9). Folglich muß für die weitere Auswertung die Austrittsarbeit der Probe Φ_P ermittelt werden. Diese läßt sich aus dem Einsatz des Spektrums ableiten und wurde meist bei dem Polarwinkel $\theta=0^\circ$ bestimmt. Aufgrund von Unzulänglichkeiten des Analysators bereitet eine Detektion von Elektronen mit sehr kleinen kinetischen Energien Schwierigkeiten. Deshalb muß zur Ermittlung der Austrittsarbeit zwischen der Probe und dem Elektronenenergieanalysator eine negative Spannung angelegt werden, um den Elektronen eine Beschleunigung von der Probe weg und damit zusätzliche kinetische Energie zu geben. Das Spektrum verschiebt sich um den Betrag der Vorspannung zu höheren kinetischen Energien hin. Die Austrittsarbeit Φ_P kann nun in folgenden Schritten ermittelt werden:

1. Es wird die Lage der Fermienergie E'_F bei negativer Vorspannung auf Ta bestimmt.
2. Von dieser wird die zuvor ohne Vorspannung auf Ta gemessene Lage der Fermienergie E_F abgezogen. Daraus ergibt sich der exakte Betrag der an der Probe anliegenden negativen Vorspannung U_V .
3. Bei der gleichen angelegten negativen Vorspannung wird der Einsatz des Spektrums bei $E_{kin,P} = \Phi'_P$ bestimmt.
4. Daraus ermittelt sich die Austrittsarbeit der Probe zu $\Phi_P = \Phi'_P - U_V$.

Nachdem nun die Austrittsarbeit Φ_P der Probe bekannt ist, kann folglich $E_{kin,P}$ mit Hilfe der Spektren bestimmt werden. Anschließend ist es möglich, die zugehörige Parallelkomponente $k_{||}$ des Wellenvektors mittels Gleichung 3.9 zu berechnen. Die Bindungsenergie für einen elektronischen Zustand läßt sich aus der Differenz zwischen der Fermienergie E_F und der energetischen Position des jeweiligen Zustandes im Spektrum bestimmen. Für die Ermittlung der Bandstruktur werden solche Zustände ausgewertet, die in den ARUPS-Spektren zu deutlichen Maxima oder Schultern führen. Bei der Auswertung der Spektren wurde auf eine Subtraktion des Sekundärelektronenuntergrundes verzichtet, da dieser sehr gering war und somit nicht zu einer Verschiebung der Strukturen in den Spektren führte. Die einzige Nachbearbeitung bestand in der Glättung der Spektren.

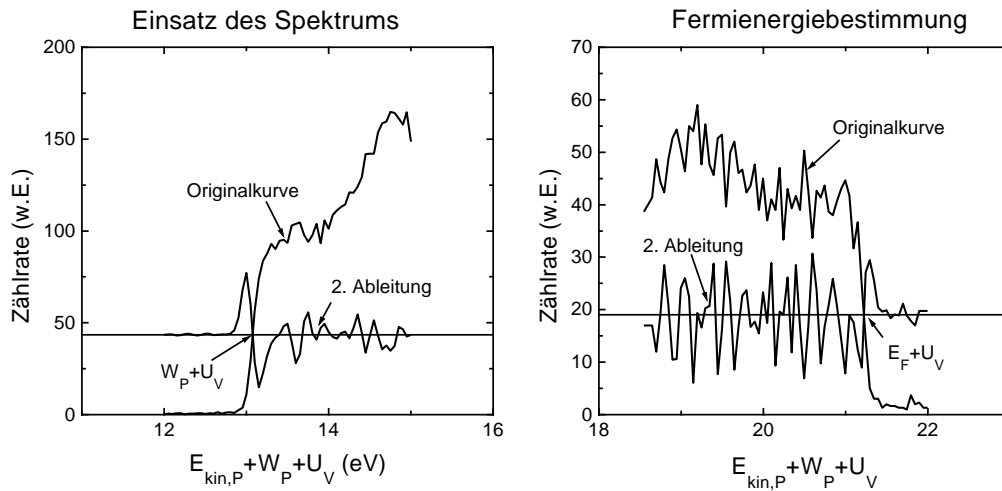


Abbildung 4.9: Schematische Darstellung links: Ermittlung der Austrittsarbeit Φ_P am Beispiel der (3x2)-Rekonstruktion des 3C-SiC(001), rechts: Ermittlung der Fermienergie E_F auf Ta

Die Bestimmung der Energie des Einsatzes eines Spektrums kann auf verschiedenen Wegen erfolgen. Als einfache Methode kann der Schnittpunkt der Tangente an der ansteigenden Flanke mit der Energieachse als Einsatz gewertet werden. Theoretisch besitzt das Spektrum jedoch einen stufenförmigen Einsatz, der durch Faltung mit der Spektrometerfunktion bei der Spektroskopie verschmiert wird. Dadurch ist die Form des Einsatzes im wesentlichen durch die Auflösung des Analysators bestimmt. Aufgrund dieser Überlegungen kann der Einsatz aus dem Wendepunkt in der ansteigenden Flanke ermittelt werden. Dieser ist über den Nulldurchgang der zweiten Ableitung des geglätteten Spektrums zugänglich.

Wie oben schon erläutert, wird die Fermienergie E_F als Bezugspunkt für den Vergleich der einzelnen Photoemissionsspektren und für die Bestimmung der Austrittsarbeit der Probe benötigt. Eine erneute Messung von E_F ist jedesmal dann notwendig, wenn während der Vorbereitung der Experimente die Hauptkammer belüftet und ausgeheizt wurde, da sich dabei Verschiebungen von bis zu 100 meV [64] ergeben können. Die Fermienergie wird immer an einer metallischen Oberfläche bestimmt, da in Metallen die elektronischen Zustände bis zur Fermienergie besetzt sind. Im Photoemissionsspektrum sollte folglich eine Stufe bei E_F sichtbar sein, die durch die thermische Verbreiterung und

die Auflösung des Analysators eine endliche Halbwertsbreite hat. In dieser Arbeit wurde die Fermienergie an Ta bestimmt. Dieses stand aufgrund der Konstruktion der Probenhalterung zur Verfügung. Das sonst üblicherweise benutzte Au konnte nicht verwendet werden, da dessen Schmelzpunkt im Bereich der Präparationstemperaturen von 3C-SiC liegt. Abbildung 4.9 zeigt noch einmal eine Gesamtdarstellung zur Ermittlung der für die Auswertung wesentlichen Kenngrößen Φ_P und E_F .

4.4.2 RAS-Spektren

Im Kapitel 3.4.5 wurden bereits die Formeln für den Real- und den Imaginärteil der Meßgröße abgeleitet. Diese Formeln lassen sich durch die Näherungen $AC_{2f} \ll DC$ und $b^2 \approx 1$ vereinfachen. Durch Entwicklung der Gleichung für den Realteil in erster Ordnung und Einsetzen in die Gleichung für den Imaginärteil ergeben sich die Formeln:

$$Re \left\{ \frac{\Delta r}{\bar{r}} \right\} \cong \frac{1}{2J_2(\delta_m)} \frac{AC_{2f}}{DC} \quad (4.5)$$

$$Im \left\{ \frac{\Delta r}{\bar{r}} \right\} \cong \frac{1}{2J_1(\delta_m)} \frac{AC_{1f}}{DC} \quad (4.6)$$

Auf der Basis dieser Gleichungen wurden auch die RAS-Spektren dieser Arbeit ermittelt. Das RAS-Signal ergibt sich aus der relativen Differenz der Reflexionskoeffizienten der Probe. Wird die Probe um 90° in der Probenebene gedreht, werden die beiden Anisotropieachsen vertauscht. Folglich sollte sich das Vorzeichen des RAS-Signals umkehren, sofern kein Offset vorhanden ist. Falls ein Offset auftritt, sollte das Spektrum an der Offset-Linie gespiegelt sein. Da jedoch nur positive Werte für die Wechselspannungen aus den Messungen folgen, ist die Vorzeicheninformation primär nicht enthalten. Eine Umkehr im Vorzeichen der Wechselspannung ist aber im Phasenverlauf enthalten und macht sich dort als Phasensprung um 180° bemerkbar. In Abbildung 4.10 werden diese Verhältnisse anhand der Messungen an einer oxidierten Si(110)-Probe veranschaulicht.

Si(110) ist ein typisches Material für Justagemessungen, da es ein starkes RAS-Signal liefert. Das Spektrum besitzt zwei charakteristische Maxima bei 3,4 eV und bei 4,3 eV. Diese Maxima lassen sich den E_1 - und den E_2 -Übergängen zwischen interbandkritischen Punkten im Silizium zuordnen. Zu E_1 tragen verschiedene Übergänge entlang der Λ -Achse und bei L bei, zu E_2 verschiedene Übergänge entlang der Σ - und der Δ -Achsen. Links in der Abbildung 4.10 ist ein Spektrum gezeigt, welches ohne Phasensprünge erlangt werden konnte. Im rechts aufgeführten Spektrum sind deutlich Phasensprünge erkennbar. Um ein korrektes Spektrum zu erhalten, ist daher eine Nachbearbeitung notwendig. In den Bereichen, in denen die Phase von $+90^\circ$ zu -90° überging, muß das RAS-Signal nachträglich an der Nulllinie gespiegelt werden. Die obigen Spektren enthalten beide ein Offset. Dieses kann ermittelt werden, indem die Probe so gestellt wird, daß die Polarisationsrichtung des einfallenden Lichtes parallel zur $[\bar{1}10]$ - oder zur $[110]$ -Richtung der Probe verläuft. Danach kann ein Spektrum aufgenommen werden, welches aufgrund der Ausrichtung der Probe kein RAS-Signal von der Probe, sondern ausschließlich das Offset enthält. Die so erhaltene Offsetkurve kann anschließend von den RAS-Spektren abgezogen werden. Dadurch erhält man Offset-bereinigte Spektren.

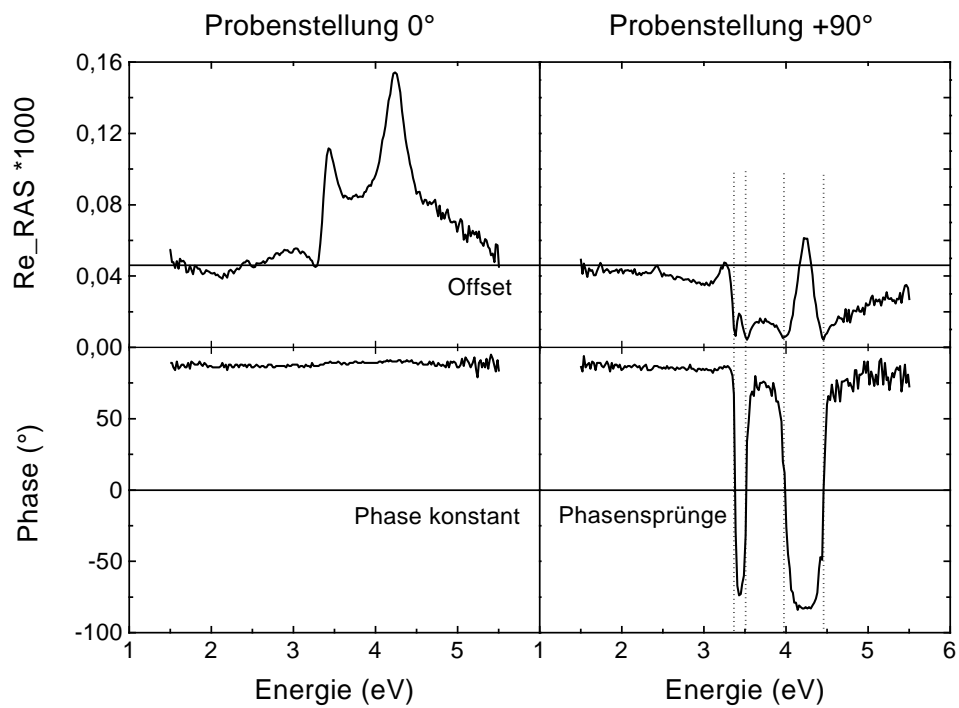


Abbildung 4.10: Beziehung zwischen Phasenverlauf und RAS-Signal an Si(110)

Kapitel 5

Ergebnisse und Diskussion

5.1 Einfluß der Präparationsmethode

5.1.1 Präparation mittels Elektronenstoßheizung

Zunächst wurde versucht, die SiC-Oberflächen mit Hilfe der Elektronenstoßheizung zu präparieren. Dies bot sich an, da diese Heizung bereits installiert war. Die Experimente wurden mit den Proben #Ho3 und #Ho4 des Hoya-Wafers durchgeführt. Die Qualität dieser Proben war bis dato unbekannt, da es sich um einen der ersten Wafer dieser Firma handelt. Als Vergleich kann die Präparation der Probe #Cr1(I) von einem Wafer der Firma Cree (Probe der Gruppe um Prof. Schäfer, TU Ilmenau) herangezogen werden. Diese Probe hatte eine 5 μm dicke 3C-SiC(001)-Schicht auf einem Si(001)-Substrat und war n-dotiert ($N = 4,8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$).

Die Elektronenstoßheizung wurde über eine interne Temperaturregelung gesteuert. Die Eingangsgrößen für die Steuerung waren die Zieltemperatur und die momentane Temperatur, welche mit einem Thermoelement (Abbildung 4.2) ermittelt wurde. Entsprechend diesen Werten wurde der Filamentstrom geregelt. Somit wurde eigentlich die erwünschte Temperatur nur am Thermoelement erzielt. Dieses war immer an der unteren Ta-Klemme befestigt, in welche der Mo-Block mit der Probe eingeschoben wurde. Folglich konnte mit dem Thermoelement nicht die exakte Temperatur der Probe gemessen werden. Je nach Güte des Wärmekontaktes konnten bei gleichen Bedingungen die angezeigten Temperaturen voneinander um bis zu 100°C differieren. Deshalb wurde zusätzlich ein optisches Pyrometer mit Glühfaden (Pyrolux I, Prüfgeräte-Werk Medingen/Dresden) zur Temperaturbestimmung verwendet. Alle Temperaturangaben in dieser Arbeit beruhen auf den mit dem Pyrometer bestimmten Werten.

Nach dem Einschleusen der Proben über das Transfersystem wurden diese zunächst durch Erwärmung auf etwa 500°C entgast. Danach war immer ein stark verschwommenes (1x1)-LEED-Bild zu beobachten (Abbildung 5.1). Anschließend wurden die Proben getempert. Dies erfolgte bei unterschiedlichen Temperaturen auf der Probe, zuerst bei 835°C und später bei 1020°C. In beiden Fällen entstand ein (1x1)-LEED-Bild (Abbildung 5.2), wobei die Reflexe nach der Temperung bei 1020°C viel schärfer sind. Bei der höheren Temperatur wird mehr Oberflächenoxid von der Oberfläche desorbiert. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit den aus der Literatur für diese Präparationsmethode bekannten Daten [7]. Die Temperatur auf der Probe war folglich noch zu niedrig, um



Abbildung 5.1: LEED-Bild der Probe #Ho4 nach dem Entgasen bei 500°C ($E=100$ eV)

eine der 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen zu erzeugen. Allerdings war die von der Elektronenstoßheizung erzeugte Temperatur des Mo-Blockes meist höher. Sie konnte infolge des unzureichenden thermischen Kontaktes zwischen Mo-Block und Probe jedoch nicht für die weitere Probenpräparation genutzt werden. Da die Heizung nur für maximale Temperaturen zwischen 1100°C und 1200°C ausgelegt ist, war abzusehen, daß eine Präparation der verschiedenen Rekonstruktionen auf diesem Wege nicht realisierbar war.

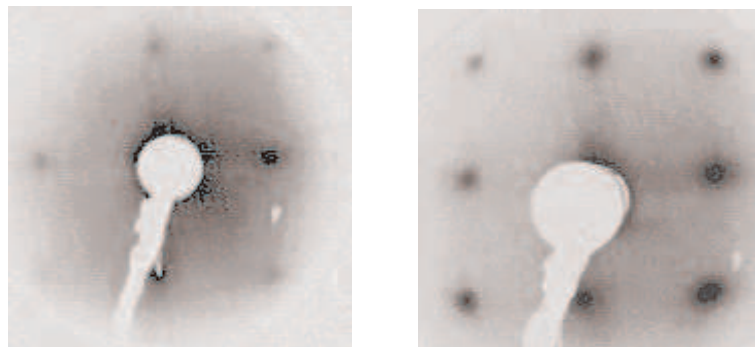


Abbildung 5.2: (1x1)-LEED-Bilder nach dem Tempern, links: Probe #Ho4 wurde bei 835°C getempert, rechts: Probe #Ho3 wurde bei 1020°C getempert ($E=100$ eV)

Aufgrund dessen wurden die weiteren Experimente unter Verwendung eines Si-Strahls durchgeführt. Dazu wurde die Probe 3 Minuten mit Si bedampft und danach bei 950°C getempert. Das zugehörige LEED-Bild (Abbildung 5.3 links) zeigt wiederum eine verschwommene (1x1)-Struktur. Das bedeutet, daß das ungeordnet angelagerte Si im Zuge der Temperung nicht in die Oberfläche eingebaut wurde und dabei Oberflächensauerstoff verdrängte. Somit bringt dieser Weg der Präparation keine nennenswerte Verbesserung gegenüber dem alleinigen Tempern.

Deshalb wurde auf die am meisten etablierte Methode, dem Tempern im Si-Fluß, zurückgegriffen. Ein entscheidender Vorteil sind die für eine Präparation benötigten geringeren Temperaturen (Kapitel 2.3). Das Si/C-Verhältnis der Oberfläche ist durch geeignete Wahl des Si-Flusses von der Quelle und der Probertemperatur einstellbar. Es wurde zu Beginn bei 850°C für 3,5 Minuten gearbeitet. Danach entstand das in Abbildung 5.3 rechts

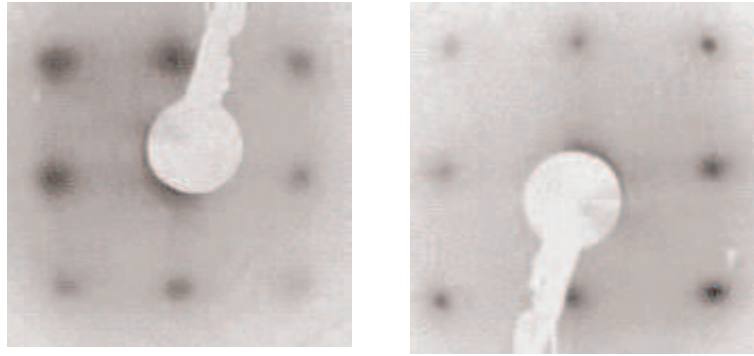


Abbildung 5.3: (1x1)-LEED-Bilder nach Präparation der Probe #Ho3 durch links: nacheinander erfolgtes Aufdampfen von Si und Tempern bei 950°C ($E=119$ eV), rechts: gleichzeitiges Aufdampfen von Si und Tempern bei 850°C ($E=96$ eV)

gezeigte (1x1)-LEED-Bild. Die Oberfläche weist zwar immer noch eine (1x1)-Struktur auf, diese ist aber deutlich schärfer. Das bedeutet, daß die Reflexe intensiver und der Untergrund dunkler geworden ist. Dies spricht für eine besser strukturierte Oberfläche.

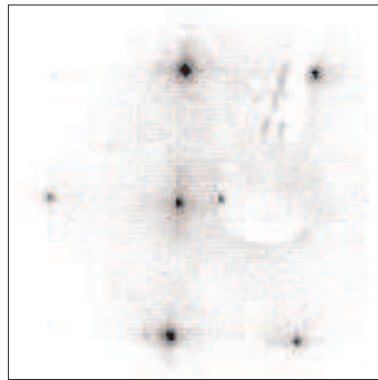


Abbildung 5.4: Präparation durch Tempern im Si-Fluß bei bis zu 1050°C der Probe #Cr1(I) ($E=120$ eV)

Eine ebenfalls gut (1x1)-strukturierte Oberfläche ist in Abbildung 5.4 dargestellt. Diese stammt von der Probe #Cr1(I), welche in mehreren Heizschritten präpariert wurde. Dabei lag die maximale Temperatur bei 1050°C. Im LEED-Bild traten noch schwache $\frac{1}{5}$ -Satelliten um die Hauptreflexe auf, die in obiger Abbildung aufgrund ihrer geringen Intensität nicht zu erkennen sind. Diese stammen vom Restsauerstoff auf der Oberfläche. Die LEED-Reflexe sind sehr scharf und intensiv, so daß von einer glatten Oberfläche ausgegangen werden kann.

Bei der Präparation mit der Elektronenstoßheizung wurden nur (1x1)-LEED-Bilder erzielt. Eine Oberflächenrekonstruktion konnte somit nicht erzeugt werden. Bei den Versuchen an den Hoya-Proben waren die erreichten Probentemperaturen zu gering. Bei der Cree-Probe wurden mit 1050°C ausreichend hohe Temperaturen erreicht. Bei Präparation im Si-Fluß können mit derartigen Temperaturen prinzipiell alle Rekonstruktionen erlangt werden (Kapitel 5.1.2). Allerdings war es nicht möglich, die hohen Temperaturen über

einen Zeitraum von 3 Minuten konstant zu halten. Innerhalb eines Präparationsschrittes sank die Temperatur allmählich um bis zu 30°C. Bei den Experimenten mit der direkten Heizung hingegen wurde mindestens über 10 Minuten bei gleicher Temperatur präpariert. Eine mögliche Ursache dafür, daß keine Oberflächenrekonstruktion erzielt werden konnte, kann also die zu kurze Temperzeit bei den hohen Temperaturen sein. Ein nicht exakt auf die Probe justierter Si-Strahl könnte ebenso dazu geführt haben, daß nur ein (1x1)-LEED-Bild erzielt wurde.

5.1.2 Präparation mittels direkter Heizung

Bei dieser Methode fließt ein Strom direkt durch die Probe und erwärmt diese dabei. Die maximal mögliche Temperatur wird entscheidend durch den Widerstand der Probe bestimmt. Der läßt sich als Parallelschaltung von 3C-SiC-Schicht und Si-Substrat berechnen und liegt folglich in der Größenordnung des kleineren der beiden Werte (hier die 3C-SiC-Schicht). Für den Cree-Wafer ergibt sich damit ein geringerer Widerstand als für den Hoya-Wafer (Anhang B). Bei den Hoya-Proben konnte eine maximale Temperatur von 1100°C erreicht werden. Dazu war ein Strom von 10 A nötig. Bei den Cree-Proben waren für die gleiche Temperatur nur 5 A erforderlich.

Mit dieser Präparationsmethode wurden die Proben #Ho12 und #Cr9 untersucht. Aufgrund der Erfahrungen von der Elektronenstoßheizung wurde ganz auf ein Thermoelement verzichtet. Alle Temperaturen wurden mit Hilfe des Glühfadenpyrometers bestimmt. Der Transfer der Proben ins UHV gestaltete sich wesentlich komplizierter im Vergleich zur Nutzung der Elektronenstoßheizung, da bei jedem Probenwechsel der gesamte Manipulator aus- und anschließend wieder eingebaut werden mußte.

Die besten Präparationen konnten mit der Cree-Probe realisiert werden. Nach dem Entgasen bei 700°C zeigte sich ein (1x1)-LEED-Bild mit deutlich sichtbaren $\frac{1}{5}$ -Satellitenreflexen (Abbildung 5.5 links). Zu diesem Zeitpunkt befand sich also noch Restoxid auf der Probenoberfläche. Nach dem Entgasen bei 900°C waren die Satellitenreflexe im LEED-Bild (Abbildung 5.5 rechts) verschwunden. Es zeigten sich scharfe (1x1)-Reflexe ohne erkennbaren Untergrund. Die Oberfläche war damit nahezu oxidfrei, hatte aber noch keine Rekonstruktion im eigentlichen Sinne ausgebildet.

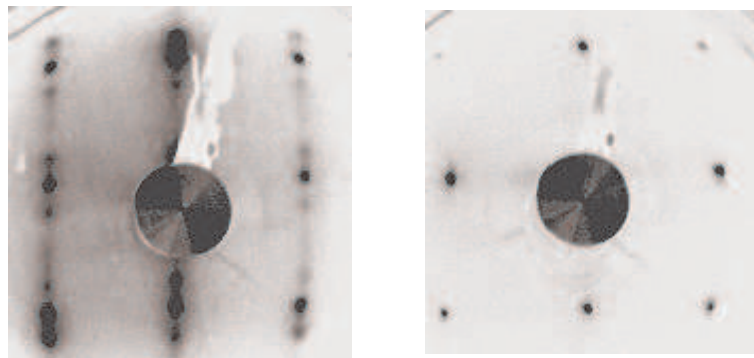


Abbildung 5.5: LEED-Bilder der Probe #Cr9 nach dem Entgasen links: bei 600°C, (1x1) mit $\frac{1}{5}$ -Satelliten, rechts: bei 900°C, (1x1) ($E=100$ eV)

Nachdem das Restoxid von der Oberfläche entfernt war, konnten die einzelnen Rekonstruktionen durch Heizen der Probe im Si-Fluß präpariert werden. Die aus der Literatur bekannte Präparationsdauer von 1...3 Minuten erwies sich in unserem System als ungeeignet. In dieser kurzen Zeit konnten keine Änderungen der Oberflächenphase festgestellt werden. Dies ist wahrscheinlich dadurch bedingt, daß in unserer Apparatur die Si-Quelle wesentlich weiter von der Probe entfernt war (ca. 10 cm) als in den sonst üblichen Anlagen (ca. 2...4 cm) und damit der Si-Fluß zur Probe hin geringer war. Deshalb erfolgte die Präparation über 10...15 Minuten. In Tabelle 5.1 sind einige typische Präparationsparameter für die drei Rekonstruktionen (2x1), (3x2) und c(2x2) angeführt. I_{Probe} ist der durch die Probe fließende Strom und T_{Probe} die mit dem Pyrometer abgeschätzte Temperatur auf der Probe. I_{Si} ist der Heizstrom der Si-Quelle. Die hier angegebenen Werte sollen als Richtgrößen dienen, falls die derzeitige Quelle weiterhin verwendet wird. Prinzipiell sollte die Oberflächentemperatur des Si mindestens 1050°C betragen.

Rekonstruktion	I_{Probe} (A)	T_{Probe} (°C)	I_{Si} (A)	Präp.-dauer (min)
(2x1)	2,5	870	4,5	15
(3x2)	2,3	860	5,0	12
c(2x2)	4,6	1030	3,5	15

Tabelle 5.1: Präparationsparameter für die Hauptrekonstruktionen des 3C-SiC(001) (#Cr9)

Diese Zahlen stellen jedoch nur eine Richtlinie dar, da die Parameter immer in Abhängigkeit vom vorherigen Zustand der Oberfläche gewählt werden müssen. Wenn z.B. die Si-terminierte (2x1)-Rekonstruktion erzeugt werden soll, muß von einer (3x2)-Rekonstruktion ausgehend Oberflächensilizium entfernt werden. Von der C-reichen c(2x2)-Rekonstruktion ausgehend muß jedoch eine vollständige Monolage Si zugeführt werden. Dementsprechend würde man der Oberfläche im ersten Fall weniger Si anbieten als im zweiten.

In Abbildung 5.6 sind die zu den Hauptrekonstruktionen gehörigen LEED-Bilder dargestellt. Zusätzlich enthält die Grafik unter c) das LEED-Bild der (5x2)-Rekonstruktion. Diese Rekonstruktion konnte durch Temperung bei 950°C im Si-Fluß und einem Strom von 4 A durch die Si-Quelle erzeugt werden. Ausgangspunkt dieser Präparation war eine (3x2)-Rekonstruktion. Es gelang jedoch nicht, die gesamte Probenoberfläche gleichmäßig zu präparieren. Gleichzeitig entstanden Gebiete, die in der (2x1)- und in der c(2x2)-Struktur rekonstruierten. Die (5x2)-Rekonstruktion wurde bisher nur von S. Hara et al. [6] gefunden. Es konnte damit ein weiterer Beweis gefunden werden, daß diese Rekonstruktion des 3C-SiC(001) existiert. In theoretischen Betrachtungen wird davon ausgegangen, daß die (5x2)-Rekonstruktion weniger überschüssiges Si auf der Oberfläche hat als die (3x2)-Rekonstruktion [13]. Ein gesichertes Strukturmodell wurde noch nicht aufgestellt.

Durch Tempern der Probe im Si-Fluß ($I_{Si}=4,5$ A) bei 860°C konnte außerdem die gesamte Probe in der c(4x2)-Struktur rekonstruieren. Daraus kann geschlußfolgert werden, daß die Probe nur eine geringe Rauigkeit hatte (<50 Å [16]). Da auf dem nachbearbeiteten LEED-Bild die charakteristischen Reflexe nicht erkennbar waren, wurde an dieser

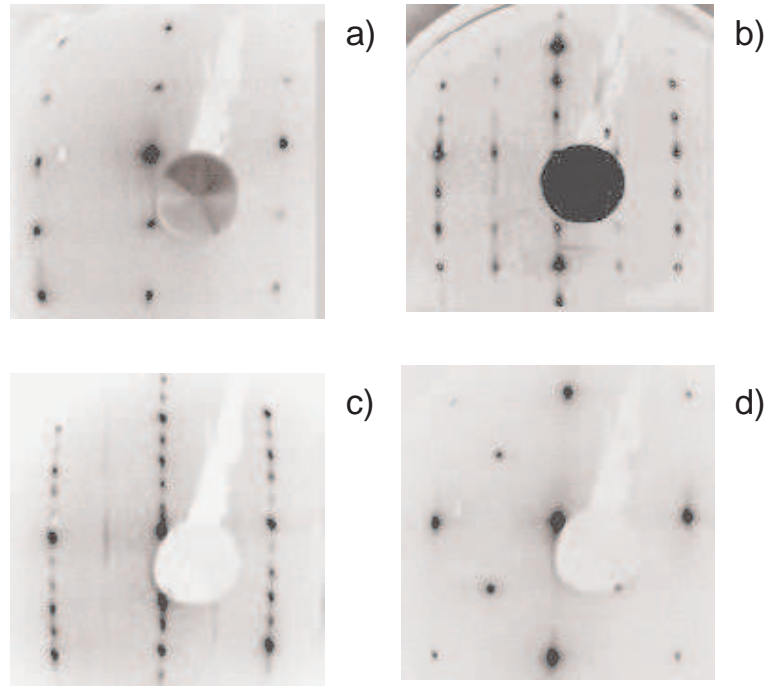


Abbildung 5.6: Oberflächenrekonstruktionen des 3C-SiC (001) a) (2x1)-Rekonstruktion ($E = 90$ eV), b) (3x2)-Rekonstruktion ($E = 95$ eV), c) (5x2)-Rekonstruktion ($E = 95$ eV), d) c(2x2)-Rekonstruktion ($E = 90$ eV) (#Cr9)

Stelle auf eine Wiedergabe verzichtet. Abschließend läßt sich feststellen, daß auf der Cree-Probe durch Tempern im Si-Fluß im Temperaturbereich zwischen 860°C und 1030°C alle typischen Rekonstruktionen des 3C-SiC(001) präpariert werden konnten. Diese Werte sind in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen anderer Gruppen [23], welche ebenfalls SiC-Proben der Firma Cree verwendeten.

Zu Messungen an 3C-SiC-Proben von Hoya liegen bisher keine publizierten Ergebnisse vor. Die Versuche an diesem Material verliefen trotz Temperns mittels direkter Heizung wenig erfolgreich. Nach dem Entgasen der Probe bei 750°C zeigte das LEED-Bild wie beim Tempern mittels Elektronenstoßheizung eine stark verschwommene (1x1)-Struktur. Nach weiteren Präparationsschritten bei Temperaturen zwischen 1000°C und 1050°C und einem Strom von 8 A durch die Si-Quelle zeigte das LEED-Bild keine Rekonstruktion der Oberfläche im direkt vom Strom durchflossenen Teil der Probe an. Auf einem Probenteil unterhalb der Ta-Klemme entstand durch Wärmestrahlung eine schwache, stark verschwommene (2x1)-Rekonstruktion. Diese ist in Abbildung 5.7 zu sehen.

Daraus ist erkennbar, daß die Oberfläche in 2 Domänen rekonstruiert. Damit verhält sie sich im Vergleich zur Probe #Cr9 grundverschieden. Bei dieser Probe rekonstruiert die Oberfläche nur in einer Domäne. Das ist gleichbedeutend damit, daß auf der Oberfläche immer Doppelstufen auftreten müssen. Dieser Unterschied zwischen den Proben ist wahrscheinlich durch die verschiedene Orientierung der Si-Substrate beim Wachstumsprozeß bedingt. Für ARUPS-Messungen sind Proben, die in einer Domäne rekonstruieren, besser geeignet. Bei 2-Domänen-Proben überlagern sich die zwei zugehörigen Oberflächenbrillouin-zonen, was die Auswertung der Spektren erschwert.

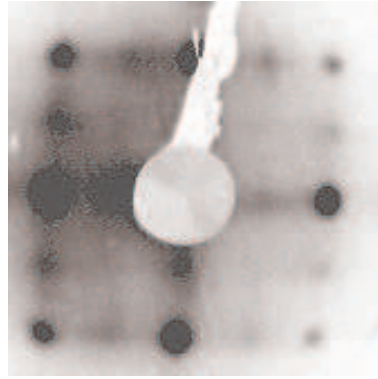


Abbildung 5.7: (2x1)-Rekonstruktion auf der Probe #Ho12 ($E = 105$ eV)

5.2 ARUPS-Messungen an 3C-SiC(001)

Dieses Kapitel enthält die winkelaufgelösten Photoemissionsspektren für die drei Hauptrekonstruktionen (3x2), (2x1) und c(2x2) des kubischen SiC(001). Die erhaltenen Ergebnisse werden anschließend diskutiert und mit bereits publizierten Werten verglichen. Desweiteren soll zu jeder Oberflächenrekonstruktion die berechnete Bandstruktur (Kapitel 4.4.1) angegeben und im Vergleich mit theoretisch ermittelten Bandstrukturen ausgewertet werden. Theoretische Arbeiten zu den Oberflächenbandstrukturen liegen bisher nur für die (2x1)- und die c(2x2)-Rekonstruktionen vor [10, 68]. Für die (3x2)-Rekonstruktion wurden aufgrund der großen Flächeneinheit und des damit verbundenen hohen Rechenaufwands noch keine Bandstrukturen veröffentlicht.

Photoemissionsuntersuchungen an den Valenzbändern und den Rumpfniveaus der einzelnen 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen wurden in den letzten Jahren schon mehrfach durchgeführt. Dabei wurden meist Photonenenergien >150 eV verwendet (SXPS). Es existieren lediglich zwei Arbeiten zu UPS-Untersuchungen, die jedoch, wie auch die SXPS-Untersuchungen, keine winkelaufgelösten Messungen enthalten [19, 69].

Die unten detailliert aufgeführten Experimente wurden an der Probe #Cr9 durchgeführt. Die Präparation erfolgte entsprechend den aus den Voruntersuchungen gewonnenen Richtlinien (Kapitel 5.1.2) mit Hilfe der direkten Heizung im Si-Fluß. Die jeweiligen Parameter sind in den nachfolgenden Abschnitten mit angegeben. Bevor die einzelnen Rekonstruktionen erzeugt werden konnten, wurde die Probe bei ca. 700°C gründlich entgast. Die Untersuchungen fanden in zwei Blöcken statt, zwischen denen die Probe an Luft gelagert war.

5.2.1 (3x2)-Rekonstruktion

Für die (3x2)-Rekonstruktion wurden ARUPS-Spektren sowohl in der $[110]$ - als auch in der $[\bar{1}10]$ -Richtung aufgenommen. In der Oberflächenbrillouinzone (SBZ) für die unrekonstruierte Oberfläche entsprechen diese beiden Richtungen dem Abtasten in der $\bar{\Gamma}\bar{X}$ -Richtung. Die zur (3x2)-Rekonstruktion gehörende SBZ mit den Symmetriepunkten ist in Abbildung 4.8 zu sehen. In der $[110]$ -Richtung ist die Flächeneinheit folglich doppelt und in der $[\bar{1}10]$ -Richtung dreimal so groß wie für die unrekonstruierte Oberfläche. Demzufolge

entsprach das Abfahren der $[110]$ -Richtung einem Abtasten in der Richtung $\overline{\Gamma}\overline{H}$ und bei der $[\overline{1}10]$ -Richtung einem Abtasten in der $\overline{\Gamma}\overline{1}\overline{1}'\overline{1}_2$. Wie weit die jeweiligen Richtungen ausgemessen wurden, bestimmte der maximal eingestellte Polarwinkel θ . Dieser wurde so gewählt, daß Informationen über die gesamte Hälfte der Oberflächenbrillouinzone (SBZ) gewonnen werden konnten.

Zunächst wurden Untersuchungen in der $[110]$ -Richtung durchgeführt. Auf der Probe wurde von der $c(4\times 2)$ -Rekonstruktion kommend bei 860°C ($I_{\text{Probe}}=2,3\text{ A}$) und $I_{S_i}=5\text{ A}$ die (3×2) -Rekonstruktion präpariert. Die Messungen erfolgten für Polarwinkel von $0^\circ\ldots 45^\circ$. Damit wurde die SBZ in dieser Richtung vom $\overline{\Gamma}$ -Punkt bis zur Zonengrenze vollständig ausgemessen. In Abbildung 5.8 sind die daraus gewonnenen Photoemissionsspektren dargestellt.

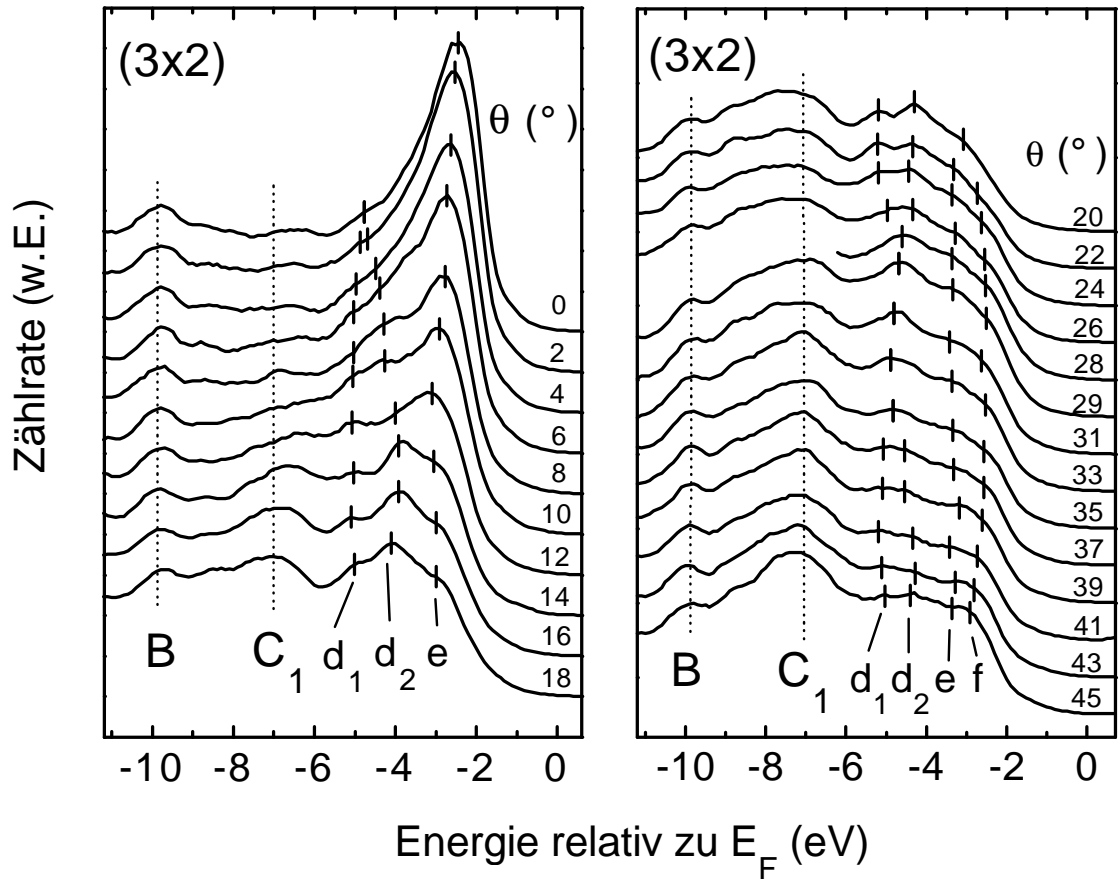


Abbildung 5.8: ARUPS-Spektren für die (3×2) -Rekonstruktion in der $[110]$ -Richtung

Alle Energien sind auf die Fermienergie E_F bezogen. Das Fermi-niveau entspricht der Energie 0 eV auf der x-Achse und wurde auf der Ta-Klemme, welche mit der Probenoberfläche in gutem elektrischen Kontakt war, bestimmt. Die Zählraten sind in willkürlichen Einheiten (w.E.) angegeben, da die Spektren zur deutlicheren Darstellung neu skaliert und gegeneinander verschoben wurden. Die Bezeichnung der Strukturen B und C_1 wurde entsprechend [28] gewählt und hat sich als allgemein übliche Notation etabliert. Sie beruht auf dem Vergleich mit von Li und Lin-Chung [70], Lubinsky [71] und Hemstreet und Fong

[66] berechneten Zustandsdichten im Valenzband für 3C-SiC im Volumen. Danach tragen zur Struktur B hauptsächlich Si 3s-, Si 3p- und C 2p-Orbitale bei. Die Struktur C₁ wird mit einem weiteren Maximum, der Struktur C₂, in der Literatur [28] zu C_{1,2} zusammengefaßt und soll im wesentlichen durch Si 3p- und C 2p-Orbitale hervorgerufen werden. Die Strukturen B und C₁ liegen jeweils ca. 8 eV und 5,5 eV unter dem Valenzbandmaximum (VBM). B tritt in den Spektren (Abbildung 5.8) deutlich hervor. Es zeigt nahezu keine Dispersion. Nach den theoretischen Rechnungen kann es eindeutig dem Volumen zugeordnet werden. Deshalb wurden alle Spektren auf die Struktur B normiert. Aus Gründen der Darstellung wurde im Spektrum für $\theta=28^\circ$ der Bereich bei höheren Bindungsenergien weggelassen, da er stark von Streulicht beeinflusst war.

Die Maxima wurden durch die Anpassung mit Gaußkurven bestimmt und sind in den Spektren als senkrechte Balken eingezeichnet. Diese Form der Auswertung ist bei allen Rekonstruktionen angewendet worden. Die einzelnen Maxima sind mit d₁, d₂, e und f gekennzeichnet. Dadurch ist eine Zuordnung zu den entsprechenden Kurven in der Bandstruktur möglich. Für $\theta=0^\circ$ und von 28° bis 33° fallen die Maxima d₁ und d₂ zusammen. Für die übrigen Winkelbereiche spalten sie jedoch in die beiden Komponenten auf. Sie liegen dabei bis zu 1,2 eV auseinander. Die Struktur f tritt erst ab $\theta=20^\circ$ auf und ist schwer von e zu unterscheiden. Die Separation zwischen e und f erfolgte deshalb in diesem Fall durch Auswertung der 2. Ableitung. Maxima in den Spektren äußern sich dort als scharfe Minima. Der Fehler für die Bestimmung von e und f kann mit $\pm 0,1$ eV abgeschätzt werden. Um die Existenz von f zu bestätigen, wurden die Oberkanten des Valenzbandes für verschiedene Polarwinkel mittels linearer Extrapolation bestimmt. Sie ergaben sich für $\theta=22^\circ$ zu -1,5 eV, für $\theta=30^\circ$ zu -1,3 eV und für $\theta=40^\circ$ erneut zu -1,5 eV relativ zu E_F . Diese winkelabhängige Verschiebung kann auf eine Struktur (f) an der Valenzbandkante zurückgeführt werden.

Zwischen B und C₁ wird mit steigendem θ und damit längerer Verweilzeit der Probe in der Kammer nach erfolgter Präparation eine weitere schwache Struktur sichtbar. Sie kann der Emission aus nichtbindenden O 2p-Orbitalen zugeordnet werden [72] und stammt von der mit der Verweilzeit zunehmenden Kontamination der Oberfläche mit Restsauerstoff aus der UHV-Kammer. Diese Struktur tritt ebenfalls in der Arbeit von Shek [73] bei ca. 6...6,5 eV unter VBM auf. Bermudez [72] untersuchte die Sauerstoffadsorption an den Hauptrekonstruktionen des 3C-SiC(001). Dabei fand er, daß sich an der c(2x2)-rekonstruierten Oberfläche am wenigsten Sauerstoff anlagert. Wie erwartet, war die O-Bedeckung auf der (2x1)-Rekonstruktion am stärksten in Analogie zur (2x1)-Rekonstruktion auf der Si(001)-Oberfläche. Der Sauerstoff auf der Oberfläche kann die Intensitäten der Oberflächenstrukturen und die energetische Positionen aller Strukturen beeinflussen.

Aus den obigen Spektren konnte anschließend die Oberflächenbandstruktur auf die bereits in Kapitel 4.4.1 beschriebene Weise ermittelt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 5.9 zu sehen. Für die Rechnungen wurde die Austrittsarbeit W_P der Probe benötigt. Diese wurde einmal für die (3x2)-Rekonstruktion bestimmt und betrug 4,3 eV. In der SBZ ist die Bindungsenergie relativ zu E_F über dem Wellenvektor $\vec{k}_{||}$ aufgetragen. Anstelle der absoluten Beträge von $\vec{k}_{||}$ wurden die jeweiligen Symmetriepunkte $\bar{\Gamma}$, \bar{H} und $\bar{\Gamma}'$ an der x-Achse eingezeichnet. $\bar{\Gamma}$ liegt bei $|\vec{k}_{||}|=0 \text{ \AA}^{-1}$. $\bar{\Gamma}'$ ist identisch mit \bar{X} in der SBZ der

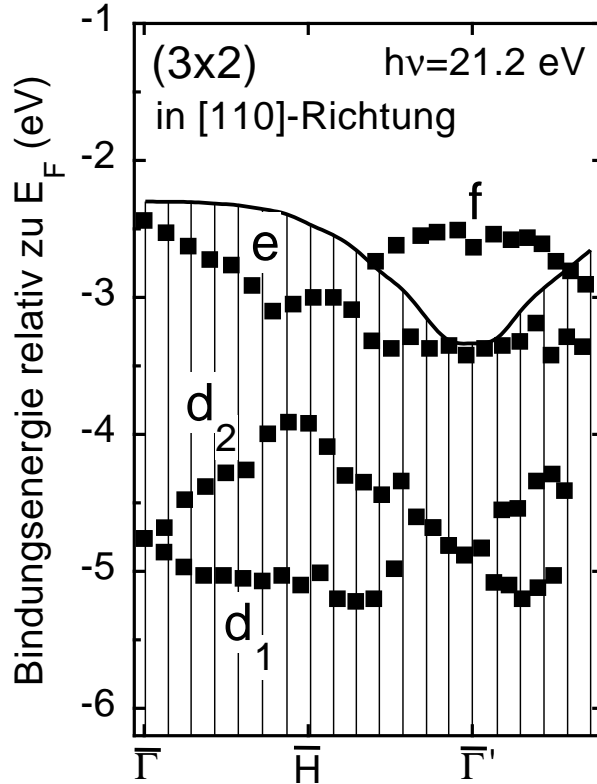


Abbildung 5.9: Oberflächenbandstruktur für die (3x2)-Rekonstruktion in der [110]-Richtung

unrekonstruierten Oberfläche und ergibt sich aus

$$k_{\parallel}(\overline{X}) = \frac{\sqrt{2}\pi}{g} \quad (5.1)$$

mit der Gitterkonstanten g . $\overline{\Gamma}'$ entspricht folglich einem $|k_{\parallel}|$ von $1,02 \text{ \AA}^{-1}$. Bei \overline{H} endet die 1. SBZ für die (3x2)-Rekonstruktion in der [110]-Richtung. \overline{H} liegt bei $0,51 \text{ \AA}^{-1}$.

Desweiteren ist in Abbildung 5.9 die projizierte Volumenbandstruktur (PBS) eingezeichnet. Sie spiegelt den Verlauf des Valenzbandes wider. Sie umfaßt den Energiebereich, in dem zu einem gewählten k_{\parallel} mindestens ein Volumenzustand existiert. Die Bestimmung der Lage des VBM erwies sich als kritisch. Als erste Möglichkeit wurde die lineare Extrapolation der rechten Flanke der starken Struktur mit der niedrigsten Bindungsenergie verwendet. Das VBM ist dann der Schnittpunkt der Extrapolationsgeraden mit der x-Achse. Daraus ergab sich $E_F\text{-VBM}=1,4\pm0,1 \text{ eV}$ für die in der [110]-Richtung aufgenommenen Spektren. Mit dem gleichen Verfahren wurde $E_F\text{-VBM}=1,1\pm0,1 \text{ eV}$ für die $[\overline{1}10]$ -Richtung der (3x2)-Rekonstruktion bestimmt. Parrill [19] erhielt ebenfalls über lineare Extrapolation $1,0 \text{ eV}$ und $0,65 \text{ eV}$ für $E_F\text{-VBM}$ für (3x2)-Rekonstruktionen. Gleichzeitig stellte er fest, daß die Präparation die Lage des VBM beeinflusst. Er führte seine Messungen an n-dotierten Proben durch. Die relative Unabhängigkeit der VBM-Lage bezüglich E_F von der Substratdotierung deutet auf ein Festheften des Fermi-niveaus bei der Energie der Oberflächenzustände (Fermi level pinning) hin. Die rechte Flanke der Struktur mit der niedrigsten Bindungsenergie kann somit Anteile von Oberflächenzuständen enthalten.

Dies hat zur Folge, daß das VBM über lineare Extrapolation nicht exakt bestimmt werden kann. Von Li und Lin-Chung [70] wurde die lokale Zustandsdichte für s- und p-Orbitale an Si- und C-Plätzen und daraus die gemittelte totale Zustandsdichte für kubisches SiC berechnet. Wie schon berichtet, setzt sich die Struktur B aus Komponenten der Si 3s-, Si 3p- und C 2p-Orbitale zusammen. Die elektronischen Eigenschaften der (3x2)-Oberfläche werden vor allem vom Si dominiert, da es sich um eine Si-reiche Oberfläche handelt. Nach [70] befindet sich ein Maximum in der lokalen Zustandsdichte für Si 7,6 eV unter dem VBM. Dieser Wert stimmt mit dem von Bermudez und Long [33] experimentell ermittelten Ergebnis für die Differenz zwischen VBM und B überein. Sie bestimmten das VBM der Si-reichen Oberflächen aus der Verschiebung des Volumenanteils im Si 2p_{3/2} - Rumpfniveau gegenüber der c(2x2)-Rekonstruktion. Das VBM für die c(2x2)-Rekonstruktion erhielten sie ebenfalls durch lineare Extrapolation. Aufgrund dieser beiden Literaturquellen wurde in dieser Arbeit das VBM über die Struktur B festgelegt: $VBM = E_{bind}(B) + 7,6 \text{ eV}$. Damit liegt es bei -2,3 eV und ergibt die in Abbildung 5.9 gezeigte Oberflächenbandstruktur.

Darin wird die 2er Symmetrie, die aus der verdoppelten Oberflächeneinheitszelle in der [110]-Richtung resultiert, deutlich. Sie zeigt sich besonders signifikant in den Strukturen d₁ und d₂. An den Punkten $\bar{\Gamma}$ und $\bar{\Gamma}'$ fallen sie zusammen. An der Zonengrenze \bar{H} liegen d₁ und d₂ am weitesten auseinander. Da beide Strukturen in der PBS liegen, dürfte es sich um Oberflächenresonanzen handeln. e sollte aus dem selben Grund eine Oberflächenresonanz sein. Die Struktur f liegt oberhalb der PBS und ist symmetrisch bezüglich $\bar{\Gamma}'$. Deshalb stellt sie wahrscheinlich einen Oberflächenzustand dar. Durch die obige Bestimmung von VBM liegt E_F in diesem Fall nahe am Leitungsband, so daß die Oberfläche fast metallischen Charakter besitzen müßte. Eine gesicherte Aussage über die Lage des VBM kann zum jetzigen Zeitpunkt aufgrund der einmaligen Untersuchungen nicht getroffen werden. Das VBM befindet sich für diese Messungen jedoch mindestens 1,4 eV unterhalb des Fermi-niveaus. Folglich ist f in jedem Fall um $\bar{\Gamma}'$ ein Oberflächenzustand.

Im zweiten Untersuchungsabschnitt wurde die (3x2)-Rekonstruktion erneut präpariert, diesmal allerdings direkt nach dem Einbau ins UHV. Deshalb wurde mit anderen Präparationsparametern gearbeitet. Zuerst wurde die Probe nach dem Entgasen zweimal für jeweils 15 Minuten bei 870°C ($I_{Probe}=2,5 \text{ A}$) im Si-Fluß ($I_{Si}=5 \text{ A}$ und $I_{Si}=4,5 \text{ A}$) getempert. Direkt vor den ARUPS-Messungen wurde die Probe bei 900°C ($I_{Probe}=3 \text{ A}$) und $I_{Si}=4 \text{ A}$ frisch präpariert. Die im folgenden Meßzyklus aufgenommenen Spektren sind in Abbildung 5.10 zu sehen. Hierbei wurde die Probe um 90° gedreht, so daß die $[\bar{1}10]$ -Richtung der (3x2)-Rekonstruktion detektiert werden konnte. Dabei wurde der Winkelbereich von 0° bis 36° abgefahren.

In den Spektren sind die Strukturen B und C₁ erneut gut sichtbar. Weiterhin treten zwei Strukturen auf, die mit a und b gekennzeichnet sind. Beide sind ab $\theta=16^\circ$ deutlich getrennt. Zusätzlich ist noch die c-Struktur zu sehen. Diese erscheint hauptsächlich bei einem Polarwinkel von $\theta=20^\circ$.

Die zugehörige Oberflächenbandstruktur ist in Abbildung 5.11 dargestellt. Darin sind an der x-Achse wiederum die Symmetriepunkte angegeben. $\bar{\Gamma}_2$ entspricht \bar{X} für die unrekonstruierte Oberfläche und liegt bei 1,02 Å⁻¹. $\bar{\Gamma}_1$ und $\bar{\Gamma}'$ sind die weiteren Symmetriepunkte, die sich aus der reduzierten SBZ ergeben. $\bar{\Gamma}_1$ entspricht also der Zonengrenze der

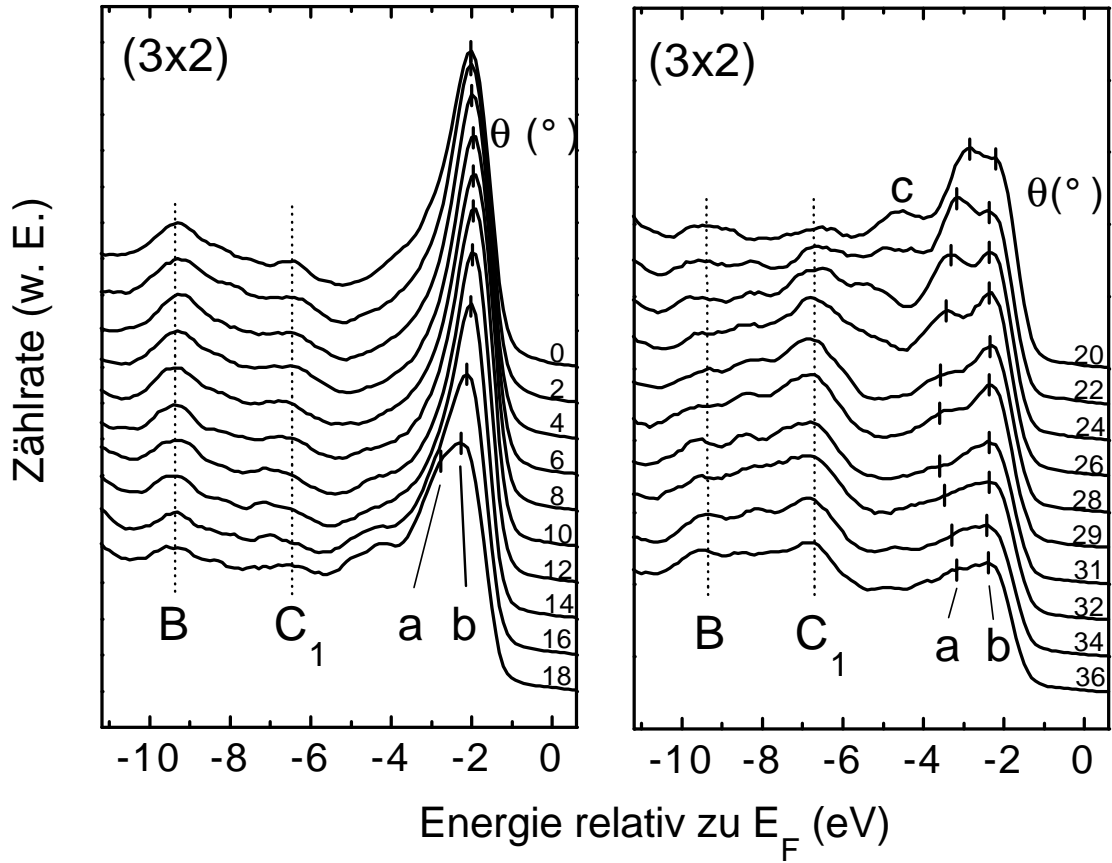


Abbildung 5.10: ARUPS-Spektren für die (3x2)-Rekonstruktion in der $[\bar{1}10]$ -Richtung

SBZ für die (3x2)-Rekonstruktion in der $[\bar{1}10]$ -Richtung und liegt bei $0,34 \text{ \AA}^{-1}$. Das VBM wurde entsprechend der oben beschriebenen Methode festgelegt. Die Struktur B liegt etwa 9,45 eV unter E_F , so daß das VBM bei -1,85 eV eingezeichnet wurde.

Die Struktur a verhält sich um $\bar{\Gamma}_2$ symmetrisch und folgt von $\bar{\Gamma}'$ bis $\bar{\Gamma}_2$ in ihrem Verlauf der Oberkante der PBS. Sie liegt gänzlich in der PBS und läßt sich folglich einer Oberflächenresonanz zuschreiben. Die Struktur b kann in zwei Teile aufgeteilt werden. Von $\bar{\Gamma}$ bis $\bar{\Gamma}'$ verläuft b nahezu entlang der Oberkante der PBS. Zwischen $\bar{\Gamma}'$ und $\bar{\Gamma}_2$ hingegen bleibt b fast bei konstanter Bindungsenergie und liegt deutlich über dem Valenzband der PBS. In diesem Bereich liegt demnach wieder ein Oberflächenzustand vor. Er zeigt in dieser Richtung, die senkrecht zu den Oberflächendimeren liegt, fast keine Dispersion. In Richtung der Si-Dimere der (3x2)-Richtung tritt bei den gleichen Beträgen von $k_{||}$ der Oberflächenzustand f auf. f zeigt in der Dimer-Richtung eine stärkere Dispersion.

5.2.2 (2x1)-Rekonstruktion

Für die (2x1)-Rekonstruktion wurden nur in der $[110]$ -Richtung ARUPS-Spektren aufgenommen. Die Messungen erfolgten für Polarwinkel von 0° bis 52° in 2° -Schritten. Damit konnte die 1. SBZ vom $\bar{\Gamma}$ -Punkt bis zum Zonenrand bei \bar{J}' vollständig abgetastet werden. In der $[110]$ -Richtung hat die 1. SBZ der (2x1)-Rekonstruktion die gleiche Ausdehnung wie die SBZ für die unrekonstruierte Oberfläche. \bar{J}' fällt somit mit \bar{X} zusammen. Die SBZ

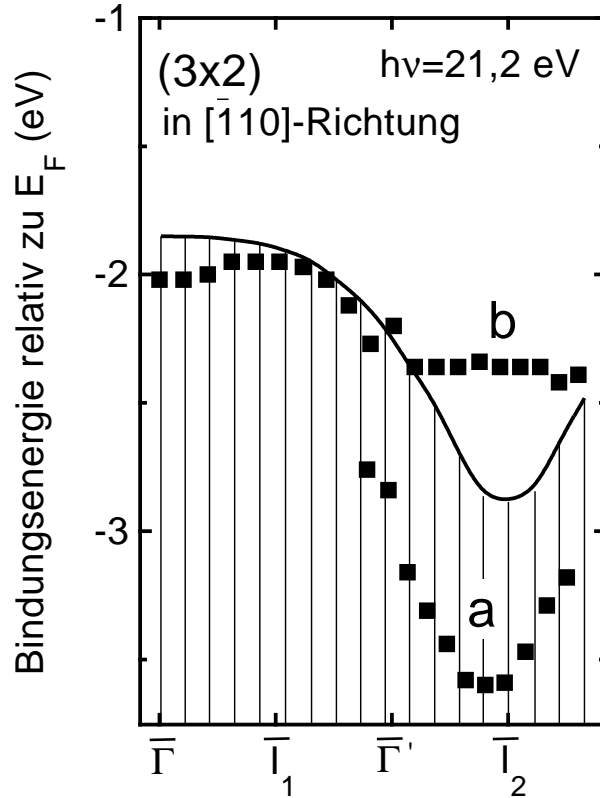


Abbildung 5.11: Oberflächenbandstruktur für die (3x2)-Rekonstruktion in der $[\bar{1}10]$ -Richtung

ist in Abbildung 4.8 gezeigt. Die Präparation der (2x1)-Rekonstruktion erfolgte ausgehend von der (3x2)-Rekonstruktion durch 15-minütiges Tempern im Si-Fluß. Die Probe hatte dabei eine Temperatur von ca. 940°C ($I_{\text{Probe}}=3,35\text{ A}$) und die Si-Quelle wurde von einem Strom $I_{\text{Si}}=5\text{ A}$ durchflossen.

Schwierigkeiten bereiteten bei diesen Messungen die sehr geringen Zählraten. Pro Durchlauf konnten im Mittel nur 20 Zählungen registriert werden. Aus diesem Grund wurde für einen bestimmten Polarwinkel das Spektrum bis zu 40 mal aufgenommen. Trotzdem konnten nur stark verrauschte Spektren gewonnen werden. Die durch Mittelung über vier benachbarte Punkte geglätteten Spektren sind in Abbildung 5.12 dargestellt.

Die Spektren zeigen bei den meisten Polarwinkeln lediglich schwache Strukturen, was auch auf die geringen Zählraten zurückzuführen ist. Für niedrige θ ist ein deutliches Maximum erkennbar. Die bei der (3x2)-Rekonstruktion gefundenen Maxima B und C_1 sind in den meisten Spektren kaum sichtbar. Deshalb erfolgte die Normierung der Spektren bei einer willkürlich festgelegten Energie, bei der keine oberflächeninduzierten Strukturen erwartet wurden, und zwar bei 12 eV . Normiert wurde auf das Spektrum für $\theta=0^\circ$.

In den ARUPS-Spektren sind die drei Strukturen a, b und c durch senkrechte Balken verdeutlicht. Alle Strukturen wurden wiederum durch Anpassung von Gaußkurven ermittelt. Ab $\theta=18^\circ$ spaltet von b die Struktur c ab. Sowohl b als auch c waren bei nahezu allen vermessenen Polarwinkeln deutlich sichtbar. Lediglich bei $\theta=48^\circ$ und $\theta=52^\circ$ konnten in den Spektren keine Schultern bei den entsprechenden Energien von c gefunden wer-

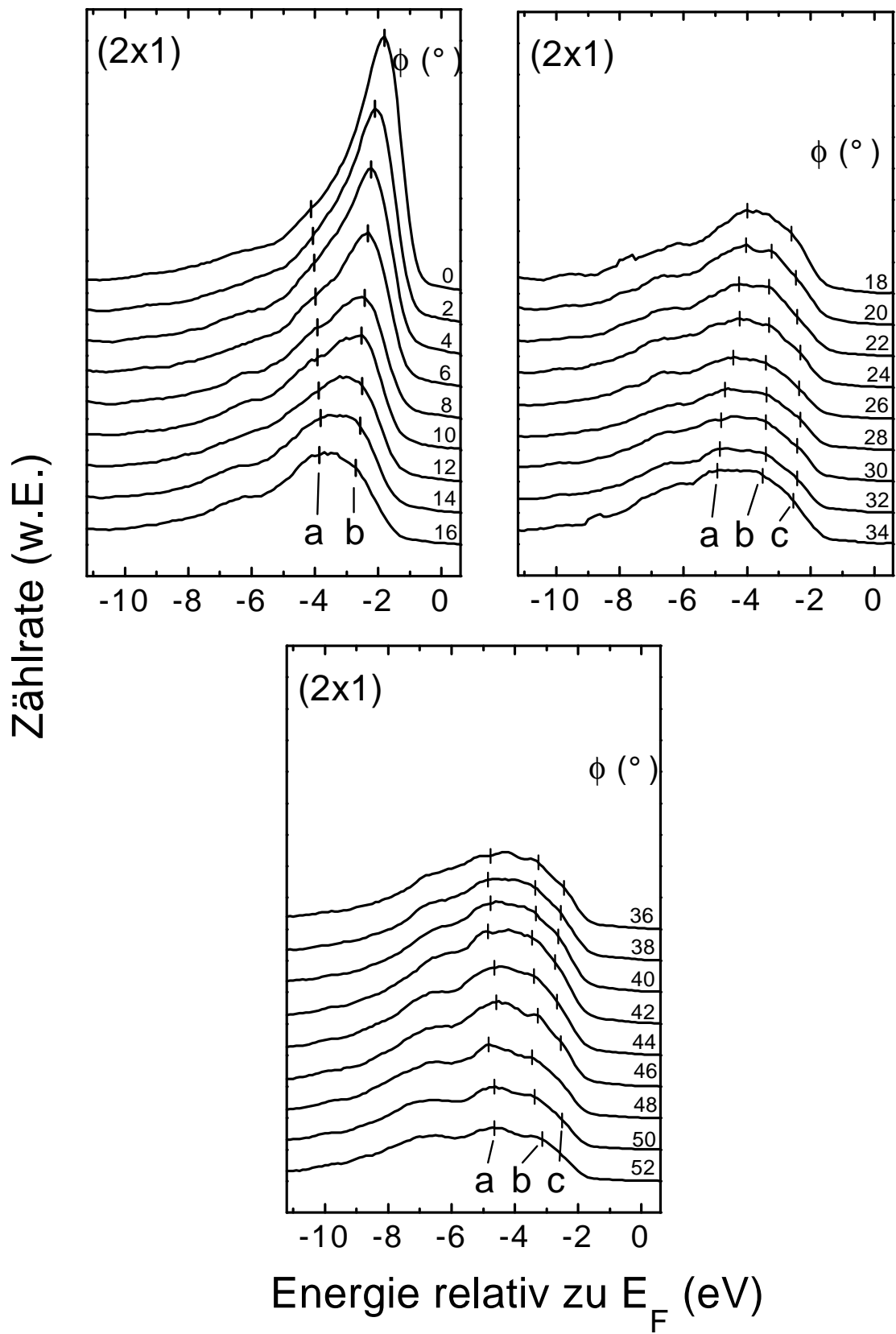


Abbildung 5.12: ARUPS-Spektren für die (2x1)-Rekonstruktion in der [110]-Richtung

den. Der Verlauf der Struktur a ist weniger offensichtlich. Bei verschiedenen Polarwinkeln, wie z.B. bei $\theta=30^\circ$ und 36° , könnten anstelle einer Gaußkurve auch zwei in dem Energiebereich um a angepaßt werden. Aufgrund der unzureichenden Qualität der Spektren gelang es nicht festzustellen, ob in jedem Spektrum eine oder zwei Strukturen auftreten. Die hier gezeigten Spektren haben auffallende Ähnlichkeit zu den Spektren der (3x2)-Rekonstruktion für die [110]-Richtung.

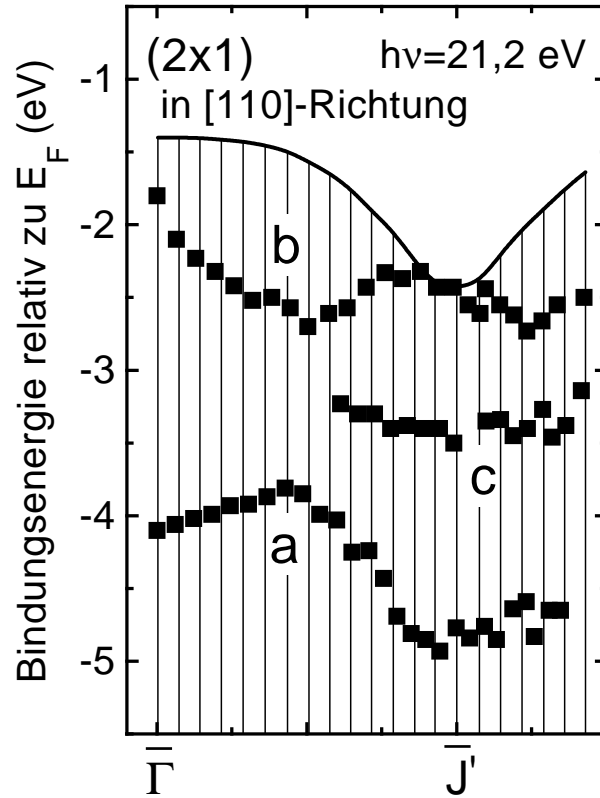


Abbildung 5.13: Oberflächenbandstruktur für die (2x1)-Rekonstruktion in der [110]-Richtung

Die für die (2x1)-Rekonstruktion ermittelte Oberflächenbandstruktur ist in Abbildung 5.13 dargestellt. Sie zeigt den Verlauf der Strukturen a, b und c vom $\bar{\Gamma}$ -Punkt bis reichlich \bar{J}' . Die den Rechnungen zugrunde liegende Austrittsarbeit betrug 5,27 eV. Das VBM wurde auf 1,4 eV unter das Fermi-niveau gesetzt. Dieser Wert basiert ebenfalls auf den Ergebnissen von Bermudez und Long [33]. Aus dem bei der (3x2)-Rekonstruktion gefundenen Maximum B kann das VBM für die (2x1)-Rekonstruktion nicht bestimmt werden, da dieses in den Spektren nicht hervortritt. Durch lineare Extrapolation der rechten Flanke des starken Maximums für $\theta=0^\circ$ ergibt sich ein VBM von rund 0,8 eV unter E_F .

Somit liegen die Strukturen a und c mit Sicherheit in der PBS. b liegt fast im gesamten Bereich in der PBS, nur um \bar{J}' erreicht b die Oberkante des Valenzbandes. Bei a und c dürfte es sich folglich um Oberflächenresonanzen handeln, b ist wahrscheinlich ebenso zu den Oberflächenresonanzen zu zählen. Eine sichere Aussage kann aufgrund der uneindeutigen Lage des VBM bei dem jetzigen Stand der Ergebnisse nicht gegeben werden. Bei dem Vergleich der Bandstrukturen für die (2x1)- und die (3x2)-Rekonstruktionen in der

[110]-Richtung ergeben sich starke Ähnlichkeiten trotz unterschiedlicher Symmetrien in dieser Richtung. Die Strukturen b und c liegen fast bei den gleichen Bindungsenergien relativ zu E_F wie e und f bei der (3x2)-Rekonstruktion. Der Verlauf von a kommt dem von d₂ sehr nahe. Dieser hohe Grad an Übereinstimmung ist zunächst sehr erstaunlich. Sowohl die (2x1)- als auch die (3x2)-Rekonstruktion gehören zu den Si-reichen Oberflächen. Die (3x2)-Rekonstruktion entsteht aus der (2x1)-Rekonstruktion durch Aufbringen von zusätzlichem Si (wahrscheinlich 1/3 ML [13, 34]). Dazu müssen die Si-Dimere der Si-Sublage entweder gar nicht oder nur teilweise aufgebrochen werden. Folglich werden bei beiden Rekonstruktionen unter anderem elektronische Zustände der Si-Dimere der vollständigen Si-Lage detektiert. Eine mögliche Erklärung für die starke Ähnlichkeit in den Oberflächenbandstrukturen könnte sein, daß die zusätzlich auf die (2x1)-Rekonstruktion aufgebrachten Si-Dimere keinen wesentlichen Beitrag liefern.

M. Sabisch et al. [10] haben für die (2x1)-Rekonstruktion Bandstrukturechnungen durchgeführt, zum einen für eine (2x1)-Rekonstruktion mit minimaler Energie und zum anderen für eine (2x1)-Rekonstruktion mit geneigten Si-Dimeren. In beiden Fällen ergeben sich unterhalb der Fermienergie Oberflächenzustände in Richtung $\overline{\Gamma J'}$. Bei der energieminierten Struktur handelt es sich um eine antisymmetrische Kombination π^* der Orbitale der freien Bindungen der idealen Oberfläche. Bei der (2x1)-Oberfläche mit den geneigten Dimeren wird der Oberflächenzustand vom D_{up}-Orbital gebildet. Diese Oberfläche wird von M. Sabisch et al. jedoch aus energetischen Betrachtungen verworfen. In beiden Fällen befinden sich die Oberflächenzustände mindestens 0,5 eV über dem Valenzband der PBS und liegen von $|\vec{k}_{||}|=0 \text{ \AA}^{-1}$ bis ca. $|\vec{k}_{||}|=0,5 \text{ \AA}^{-1}$ sehr nahe bei E_F . Nahe E_F traten in den ARUPS-Spektren für die (2x1)-Rekonstruktion keinen sichtbaren Maxima auf, was sicher mit auf die sehr geringen Zählraten zurückzuführen ist. Eine Bestätigung der theoretischen Ergebnisse kann durch diese Arbeit also nicht gegeben werden.

5.2.3 c(2x2)-Rekonstruktion

Für die c(2x2)-Rekonstruktion konnten nur in der [110]-Richtung ARUPS-Spektren aufgenommen werden. Das entspricht einem Abtasten der Probe entlang $\overline{\Gamma S'}$. Die zugehörige SBZ ist ebenfalls in Abbildung 4.8 zu finden. Die geglätteten Spektren sind in Abbildung 5.14 für Polarwinkel von 0° bis 40° dargestellt.

In beinahe allen Spektren sind zwei Strukturen gut zu erkennen. Diese haben die Bezeichnung a und b erhalten. Die Struktur a liegt meist reichlich 4 eV unter E_F . Sie zeigt in den Spektren nur eine geringe Dispersion. Die Struktur b verläuft etwas dispersiver. Sie liegt zwischen reichlich 2 eV bis ca. 3 eV unter E_F . Aus der Literatur sind in diesem Energiebereich für die c(2x2)-Rekonstruktion ebenfalls zwei Strukturen bekannt. Diese werden dort mit X und C₂ bezeichnet. X liegt bei ca. 4,8 eV unter E_F und C₂ bei etwa 3 eV unter E_F [33]. Energetisch sind die Strukturen a und b folglich gegenüber X und C₂ zu niedrigeren Bindungsenergien hin verschoben. Der von S. Tautz et al. [69] gefundene Oberflächenzustand bei $\approx 1 \text{ eV}$ unterhalb E_F konnte nicht bestätigt werden. In einigen der Spektren ($\theta=6^\circ, 8^\circ$) sind bei ca. 1 eV unter E_F Strukturen sichtbar. Allerdings lieferten die Messungen keine auswertbaren Ergebnisse über mehrere benachbarte Spektren. Weiterhin erscheinen die von der (3x2)-Rekonstruktion bekannten Strukturen B, C₁ und O 2p in vielen der Spektren.

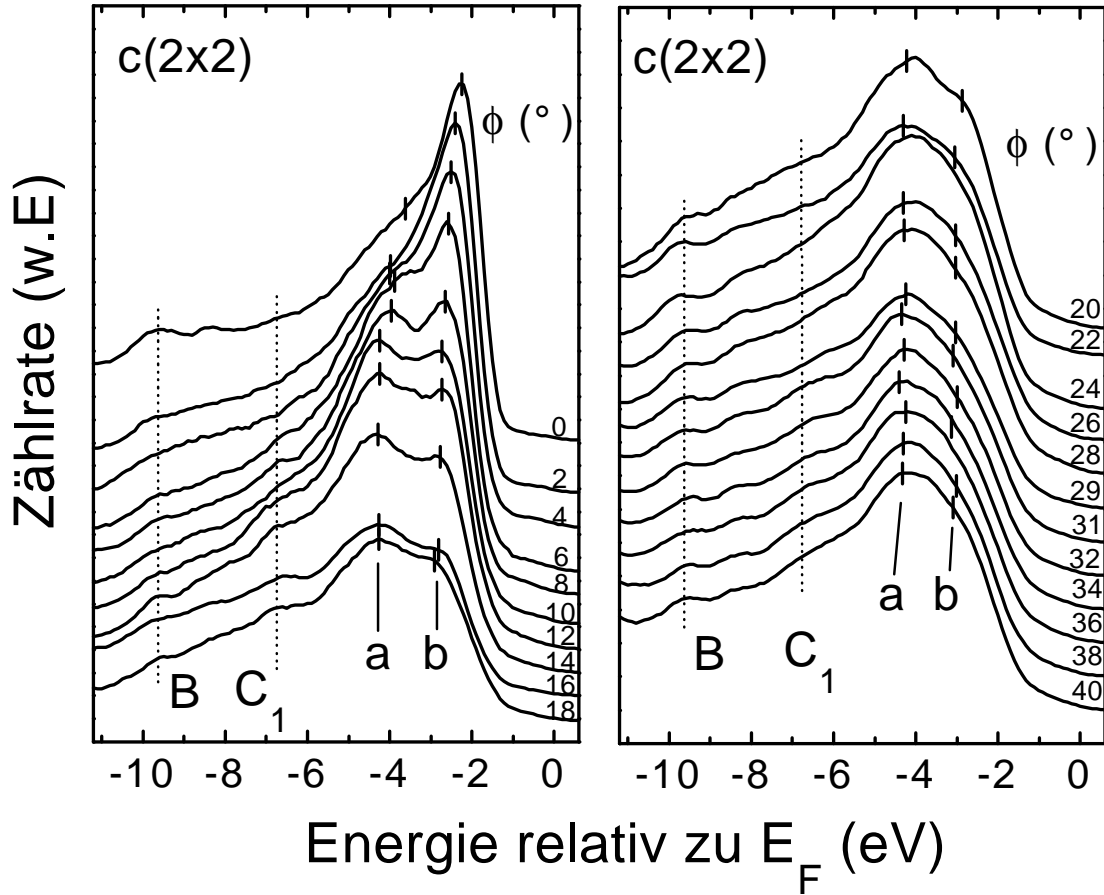


Abbildung 5.14: ARUPS-Spektren für die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion in der $[110]$ -Richtung

In Abbildung 5.15 ist die aus den Spektren ermittelte Oberflächenbandstruktur zu sehen. Die Austrittsarbeit betrug für die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion 5,3 eV. Das VBM wurde in Anlehnung an die Arbeit von Bermudez und Long [33] auf -2 eV gesetzt. Eine Struktur mit gleichem Verlauf wie a erscheint in keiner Oberflächenbandstruktur der anderen 3C-SiC(001)-Rekonstruktionen. Demzufolge handelt es sich bei a um eine Oberflächenresonanz. Gleiches läßt sich zur Struktur b sagen. Es gibt zwar auch für die (3×2) - und die (2×1) -Rekonstruktion Strukturen bei ähnlichen Bindungsenergien. Diese zeigen jedoch eine größere Dispersion, so daß es sich bei b ebenfalls um eine Oberflächenresonanz der $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion handeln dürfte. Um \bar{S}' herum verläuft b entlang der Oberkante des Valenzbandes. Da die Lage des VBM nicht vollständig gesichert ist, kann b sich um \bar{S}' auch zu einem Oberflächenzustand entwickeln.

Die theoretischen Arbeiten von M. Sabisch et al. [10] beinhalten Rechnungen für beide Strukturmodelle der $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion. Allerdings enthalten die Oberflächenbandstrukturen keinerlei Angaben über die Lage des Ferminiveaus E_F bezüglich des VBM. Für die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion mit versetzten C-Dimeren wurden drei Oberflächenzustände ermittelt, π , P'_5 und π^* . π erscheint nur um \bar{S}' und liegt dort nur etwa 0,2 eV über der Valenzbandkante. P'_5 tritt erst ab $|\vec{k}_{||}| \approx 0,8 \text{ \AA}^{-1}$ aus der PBS hervor und befindet sich bei \bar{S}' knapp 2 eV über der Valenzbandkante. Einzig π^* existiert über den gesamten Bereich von $\bar{\Gamma}$ bis \bar{S}' . π^* liegt bis zu 2,4 eV über dem VBM. Die Rechnungen für die

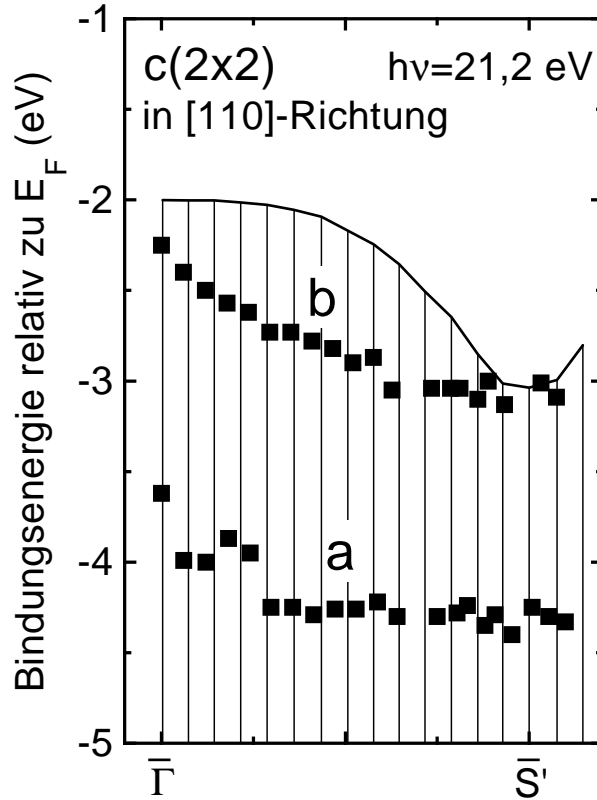


Abbildung 5.15: Oberflächenbandstruktur für die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion in der $[110]$ -Richtung

$c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion mit versetzten C_2 -Gruppen ergaben lediglich einige um \bar{S}' und \bar{S} lokalisierte Oberflächenzustände P , π_1 und π_2 in der Nähe der Valenzbandkante. Weit oberhalb des VBM (3...5 eV darüber) befinden sich noch antibindende Zustände der dreifach gebundenen C_2 -Gruppen. π_1 und π_2 liegen innerhalb der PBS bei \bar{S} . Der P -Zustand existiert zwischen \bar{S}' und \bar{S} sowie um \bar{S}' und um \bar{S} herum. Er ist auf p_y - und p_z -Orbitale an den C_2 -Gruppen und den Si-Dimeren der zweiten Lage zurückzuführen. Diese Oberflächenstruktur wird von M. Sabisch et al. als wahrscheinlicher angesehen, da sie kaum Oberflächenzustände in der verbotenen Zone aufweist. Dies steht im Einklang mit SXPS-Messungen von Bermudez und Long [33] sowie Semond [74], die in der verbotenen Zone ebenfalls keine Zustände gefunden haben. Die zu dieser Arbeit durchgeführten Messungen ergaben das gleiche Ergebnis.

5.3 RAS-Messungen an 3C-SiC(001)

5.3.1 RAS-Spektren der verschiedenen Rekonstruktionen

Ziel der Reflexionsanisotropiemessungen war es, erstmals Spektren der drei Hauptrekonstruktionen des kubischen SiC ((3×2) , (2×1) , $c(2 \times 2)$) zu erlangen. Die Messungen erfolgten mit der an die UHV-Kammer angekoppelten RAS-Apparatur. Als Probe wurde #Cr9 verwendet, welche mit der direkten Heizung präpariert wurde. Im allgemein üblichen RAS-Aufbau ist die Probe 45° gegenüber der optischen Achse des Polarisators bzw. des PEMs gedreht (Kapitel 4.3.3). Aus apparativen Gründen ließ sich dieser Winkel bei den

folgenden Messungen jedoch nicht realisieren. Der reale Winkel konnte aus den aufgenommenen LEED-Bildern ermittelt werden und betrug 54° . Dies hat prinzipiell Einfluß auf die Auswertung der Spektren, da der Jones-Formalismus bisher für einen Probenwinkel von 45° gerechnet wurde. Das Matrixelement, welches die Reflexion an der Probe beschreibt, ändert sich zu

$$\begin{aligned} R(54^\circ) &= D(-54^\circ)RD(54^\circ) = D(-9^\circ)D(-45^\circ)RD(45^\circ)D(9^\circ) \\ &= D(-9^\circ) \begin{pmatrix} \bar{r} & \Delta r/2 \\ \Delta r/2 & \bar{r} \end{pmatrix} D(9^\circ) \end{aligned} \quad (5.2)$$

Aus den vollständigen Rechnungen, auf die hier nicht detailliert eingegangen werden soll, ergibt sich, daß alle Spektren mit einem konstanten Faktor S multipliziert werden müssen. Dieser Faktor ergibt sich zu

$$S = \frac{1}{\sin 2\alpha} \quad (5.3)$$

wobei α der Winkel zwischen dem Vektor der elektrischen Feldstärke des auf die Probe einfallenden Lichtes und der $[\bar{1}10]$ -Richtung der Probe ist. Bei $\alpha=54^\circ$ gilt folglich

$$S = \frac{1}{\cos 18^\circ} \quad (5.4)$$

Auf eine nachträgliche Korrektur der Spektren wurde an dieser Stelle verzichtet, da die Form der Spektren bei der Multiplikation mit S erhalten bleibt.

Nach dem Einbau der Probe und dem Ausheizen der UHV-Kammer wurde zunächst ein Spektrum der noch oxidierten Probe aufgenommen (Abbildung 5.17). Anschließend wurden die Si-Quelle entgast und die Probe zum Abheizen des Oxids bei knapp 700°C für 12 Minuten getempert. Danach wurden die einzelnen Rekonstruktionen mit den in Tabelle 5.2 angegebenen Parametern präpariert.

Rekonstruktion	I_{Probe} (A)	T_{Probe} ($^\circ\text{C}$)	I_{Si} (A)	Präp.-dauer (min)
(2x1)	2.8	890	4.2	12
(3x2)	2.5	870	4.5	15
(2x1) \rightarrow c(2x2)	4.5	1020	3.2	10
+	4.5	1020	-	6
c(2x2)	4.5	1020	-	9

Tabelle 5.2: Parameter für die Präparation der einzelnen Rekonstruktionen

Durch die Präparation konnten sehr scharfe LEED-Bilder der jeweiligen Oberflächenrekonstruktion erzielt werden. Sie hatten keinen erkennbaren Untergrund, was für eine gleichmäßige Oberflächenstruktur spricht. Die Rekonstruktion war immer auf der gesamten Probe zwischen den Ta-Bleichen vorhanden. Abbildung 5.16 zeigt die entsprechenden LEED-Bilder (um 54° geneigt) für die mit der RAS vermessenen Oberflächen.

Die Oberfläche rekonstruiert jeweils in einer Domäne. Besonders deutlich sind die (2x1)- und die c(2x2)-Rekonstruktion erkennbar. Bei der (3x2)-Rekonstruktion sind die

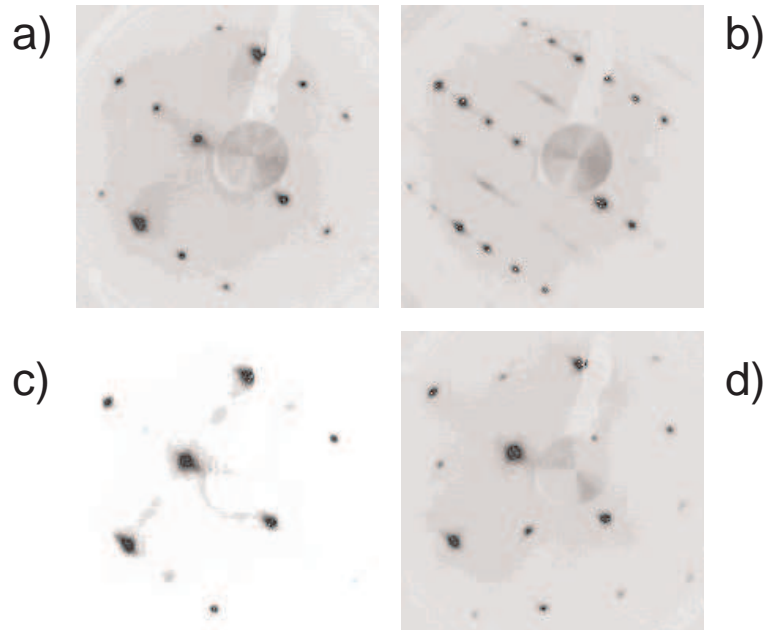


Abbildung 5.16: LEED-Bilder für a) die (2x1)-Rekonstruktion, b) die (3x2)-Rekonstruktion, c) den Übergang von (2x1)→c(2x2) und d) die c(2x2)-Rekonstruktion

halbzahligen Reflexe mehr streifenförmig ausgebildet. Das LEED-Bild der Übergangsphase von der (2x1)- zur c(2x2)-Rekonstruktion läßt noch schwache halbzahlige Reflexe erkennen, die von der noch teilweise vorhandenen (2x1)-rekonstruierten Oberfläche stammen. Zusätzlich tritt schon Intensität zwischen den Hauptreflexen in der dazu senkrechten Richtung auf.

In Abbildung 5.17 ist der Realteil des RAS-Signals über der Energie für die oxidierte Oberfläche, die drei Hauptrekonstruktionen und die Übergangsphase von der (2x1)- zur c(2x2)-Rekonstruktion aufgetragen. Die Spektren zeigen deutlich unterschiedlichen Verlauf ab Energien über 2,5 eV.

Im Bereich von 1,5 bis 2,5 eV sind in allen Spektren nur Schichtdickenoszillationen zu sehen. Aus diesen kann die Schichtdicke des 3C-SiC(001) berechnet werden. Für diese Probe ist die Schichtdicke bekannt, sie beträgt insgesamt 5 μm an kubischem SiC, die sich in 2 μm n-leitendes und 3 μm p-leitendes 3C-SiC(001) aufgliedert. Aus dem Vergleich der Eindringtiefe von Licht in das kubische SiC (Kapitel 3.2), läßt sich sagen, daß Licht mit einer Energie bis zu 3,5 eV gerade noch die 3C-SiC/Si-Grenzfläche erreicht. Ab 2,4 eV sterben die Oszillationen allmählich aus. Ab ca. 3 eV treten keine Oszillationen mehr auf. Diese Übergangszone ist dadurch bedingt, daß 3C-SiC ein indirekter Halbleiter ist.

Oberhalb von 5 eV sind die Spektren zum Teil sehr verrauscht. Das ist durch die geringe zur Verfügung stehende Lichtintensität im ultravioletten Spektralbereich bedingt. Bei derart geringen Intensitäten muß am Photomultiplier eine hohe Verstärkungsspannung angelegt werden. Gleichzeitig sollte der Meßbereich am LIA während der Aufnahme eines Spektrums nicht verstellt werden, da sonst nicht bei gleicher Filtereinstellung gemessen wird und somit die Vergleichbarkeit der Meßpunkte nicht gegeben ist. Dies führt zu einem relativ großen Rauschen im Meßsignal.

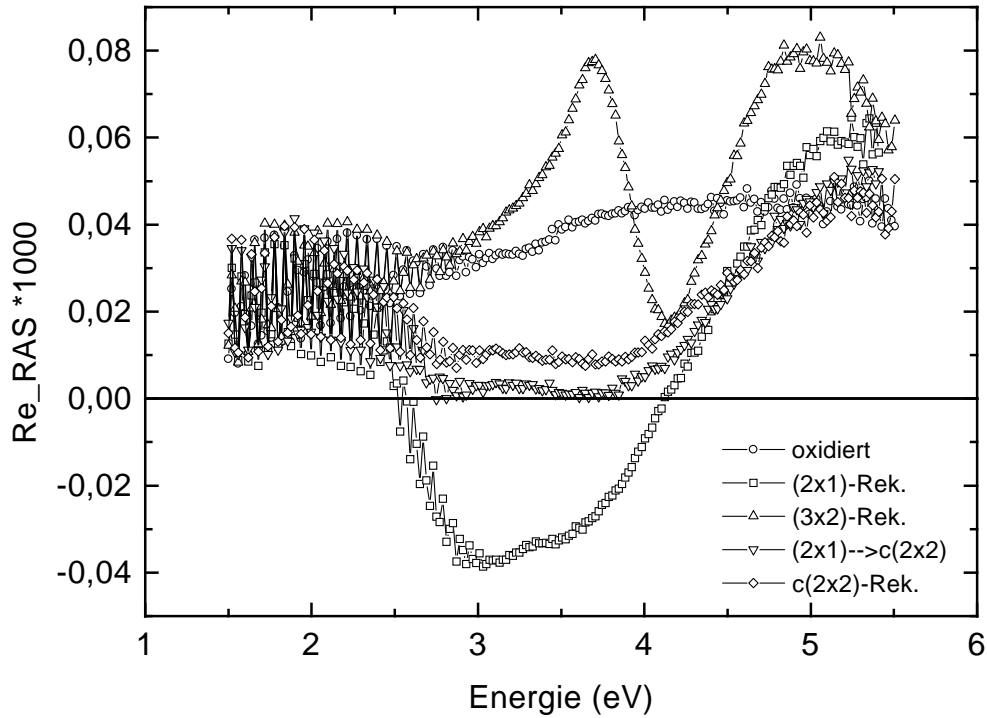


Abbildung 5.17: RAS-Spektren der einzelnen Rekonstruktionen des 3C-SiC(001)

Die Si-reichen (2x1)- und (3x2)-Rekonstruktionen zeigen ein großes RAS-Signal im Vergleich zur C-reichen c(2x2)-Rekonstruktion. In den Spektren für die oxidierte Oberfläche und die (2x1)-Rekonstruktion ist bei 3,4 eV eine schwache Struktur erkennbar. Diese Struktur kann dem E_1 -Übergang im kristallinen Si zugeordnet werden. RAS-Spektren von Si(110) (Kapitel 4.4.2) zeigen an dieser Energieposition ebenfalls eine starke Struktur desselben Ursprungs. Da auf der Oberfläche weder ein Si-Film noch Si-Cluster vorhanden sein dürften, muß diese Struktur auf das Si von der 3C-SiC/Si-Grenzfläche zurückzuführen sein. Diese E_1 -Struktur ist für die oxidierte Oberfläche besonders deutlich sichtbar, da dort keine weiteren Anisotropien auftreten. In den Spektren der (2x1)- und der (3x2)-Rekonstruktion tritt die Struktur nur sehr schwach hervor. Bei der c(2x2)-Rekonstruktion ist sie infolge des geringen RAS-Signals gar nicht erkennbar.

Alle weiteren Strukturen in den Spektren kommen vom 3C-SiC. Durch die optische Anregung bei der RAS sind prinzipiell sowohl direkte elektronische Übergänge als auch indirekte elektronische Übergänge mit Impulsübertragung im Bereich des Photonenimpulses möglich. Die indirekten Übergänge sollten aufgrund der kleinen kombinierten Zustandsdichten in den RAS-Spektren kaum zu erkennen sein. Tatsächlich sind in den Spektren auch keine Strukturen erkennbar, die der indirekten Bandlücke von 2,4 eV zuzuordnen wären. Kubisches SiC hat eine direkte Bandlücke von 6,0 eV (bei 300 K) [67]. Dieser Bereich wurde mit der RAS aber nicht erfaßt. Folglich müssen die übrigen Strukturen in den RAS-Spektren von der Oberfläche stammen. Die Spektren spiegeln sich somit den stark unterschiedlichen Aufbau der verschiedenen Rekonstruktionen wider.

Bevor die Spektren detaillierter diskutiert werden können, muß noch die Frage

eines zusätzlichen Untergrundes (Offset) angesprochen werden. In untergrundfreien RAS-Spektren oszillieren die Schichtdickenoszillationen um die Nulllinie. Dies ist jedoch in den hier gemessenen Spektren nicht der Fall. Dies läßt einen zusätzlich auf die Spektren aufgeprägten Untergrund stark vermuten. Einen weiteren Anhaltspunkt in dieser Hinsicht liefert das RAS-Spektrum für die oxidierte Oberfläche. Dieses sollte außer den Schichtdickenoszillationen und der Struktur von der 3C-SiC/Si-Grenzfläche keine weiteren Strukturen zeigen. Das gemessene Spektrum steigt jedoch ab rund 3 eV allmählich an. Ein solches Verhalten könnte ein Indiz für Oberflächenrauhigkeit sein. Dies ist allerdings infolge des Abflachens des Spektrums ab 4,5 eV nicht sehr wahrscheinlich. Somit könnte der Verlauf des Spektrums für die oxidierte Oberfläche der Verlauf eines auf die Spektren aufgeprägten Untergrundes sein, insofern sich die Oberfläche aufgrund des vorhandenen Restoxids nicht optisch anisotrop verhält. Weitere Aussagen über den Untergrund ließen sich treffen, wenn zuzüglich zu den obigen Spektren noch die Spektren von der um 90° bzw. um 45° um die Probennormale rotierten Probe vorliegen würden. Diese Messungen konnten während der RAS-Experimente nicht durchgeführt werden, da die Probe nicht drehbar war.

Die interessantesten Spektren liefern die (3x2)- und die (2x1)-Rekonstruktion. Das Spektrum der (2x1)-Rekonstruktion besitzt im Energiebereich von 2,5 eV bis 4,2 eV stark negative Werte. Bei 4,2 eV erfolgt ein Nulldurchgang. Danach sind die Werte positiv und steigen bis 5,1 eV an. Ab dieser Energie fallen die RAS-Werte ganz schwach. Bei der (3x2)-Rekonstruktion tritt bei 3,7 eV ein starkes Maximum auf. Oberhalb dieser Energie fällt das Spektrum steil ab und durchläuft bei 4,2 eV ein relativ scharfes Minimum. Anschließend steigt das Spektrum steil an und besitzt bei 5 eV ein breites Maximum. Die RAS-Spektren für die Übergangsphase von der (2x1)- zur c(2x2)-Rekonstruktion und für die c(2x2)-Rekonstruktion haben bei ca. 2,8 eV und 3,7 eV zwei schwache Minima. Ihre prinzipielle Form ähnelt dem Spektrum der (2x1)-Rekonstruktion.

Die Form des Spektrums der (3x2)-Rekonstruktion ähnelt stark der Form eines RAS-Spektrums für die c(4x4)-Rekonstruktion auf GaAs(001). Bei der c(4x4)-Rekonstruktion befinden sich As-Dimere auf einer As-Oberfläche. Die analoge Konstellation liegt bei der (3x2)-Rekonstruktion vor. Dort sind Si-Dimere auf einer Si-Oberfläche angeordnet. Bei dem Maximum der (3x2)-Rekonstruktion bei 3,7 eV scheint es sich um eine verschobene E_1 -artige Struktur, die vom Si herrührt, zu handeln. Diese und die breite Struktur bei 4,2 eV erinnern stark an nanostrukturiertes poröses Si, d.h. sie spiegeln den Si-artigen Charakter der Oberfläche wider. Die Struktur bei 4,2 eV dürfte der E_2 -Struktur vom Volumen-Si zuzuordnen sein.

Ein Maximum scheint für alle rekonstruierten Oberflächen des 3C-SiC bei ca. 5 eV zu liegen. Die genaue Energieposition läßt sich durch den beschränkten Energiebereich nur schwer bestimmen. Für eine zuverlässige Aussage, ob diese Struktur durch elektronische Übergänge oder nur durch Oberflächenrauhigkeit bedingt ist, müßte der Verlauf der Spektren oberhalb von 5,5 eV bekannt sein. Gegen Rauhigkeit spricht der Fakt, daß die Werte für die (3x2)-Rekonstruktion am größten sind. Aufgrund der Eindringtiefe von Licht dieser Energie könnte eine Struktur entweder von der Oberfläche oder von der Grenzfläche zwischen den beiden unterschiedlich dotierten SiC-Schichten herrühren.

Unterschiedliche Vorzeichen in den Spektren wurden bei anderen Materialsystemen

wie z.B. GaAs häufig im Zusammenhang mit der Orientierung der Oberflächendimere diskutiert. In den letzten beiden Jahren wurde eine derartige Interpretation wieder mehr und mehr verworfen. Trotzdem soll an dieser Stelle eine mögliche Interpretation unter diesem Gesichtspunkt gegeben werden. Für die (2x1)-Rekonstruktion des 3C-SiC existiert ein einziges Strukturmodell (Abbildung 2.4). Anhand der Ausrichtung der Dimere der (2x1)-Rekonstruktion lassen sich nun die relativen Anordnungen der Dimere weiterer Strukturmodelle vergleichen. Für die c(2x2)-Rekonstruktion gibt es zwei verschiedene Strukturmodelle (Kapitel 2.2). Beim Modell mit versetzten Dimeren sind die C-Dimere gegenüber den Dimeren der (2x1)-Rekonstruktion um 90° verdreht. Beim Modell mit den C_2 -Gruppen auf Si-Brückenpositionen hingegen sind die C-Dimere parallel dazu ausgerichtet. Unter Einbeziehung der obigen Überlegungen zum Untergrund hätten die RAS-Spektren für die beiden Rekonstruktionen gleiches Vorzeichen. Dies würde somit das Modell mit den C_2 -Gruppen für die c(2x2)-Rekonstruktion unterstützen, da dessen Dimere den Dimeren der (2x1)-Rekonstruktion gleichgerichtet sind. Für die (3x2)-Rekonstruktion existieren sogar drei verschiedene Strukturmodelle. Sowohl beim „Additional Dimer Model“ als auch beim „Alternate Dimer Row Model“ wie auch beim „Missing Dimer Model“ sind die Si-Dimere senkrecht zu den Si-Dimeren der (2x1)-Rekonstruktion angeordnet. Deshalb ist es nicht möglich, aus den RAS-Spektren heraus eines der Strukturmodelle der (3x2)-Rekonstruktion zu favorisieren.

In Abbildung 5.18 sind für jede der drei Hauptrekonstruktionen zwei Spektren dargestellt. Diese sollen die zeitliche Stabilität widerspiegeln. Zuerst wurde jeweils ein Spektrum aufgenommen, wobei an jedem Meßpunkt (bestimmte Energie) die Spannungen nur einmal gemessen wurden (mit „kurz“ bezeichnet). Für die Aufnahme eines solchen Spektrums wurden ca. 10 Minuten benötigt. Danach wurde erneut ein RAS-Spektrum der gleichen Rekonstruktion ermittelt. In diesem Fall wurde an jedem Meßpunkt die Spannungen zehnmal gemessen und anschließend der Mittelwert gebildet (mit „lang“ bezeichnet). Dadurch sollten das Rauschen verringert und die Spektren glatter werden. Bei der gleichen Energie wurden die jeweiligen Meßwerte also mit einer zeitlichen Differenz von etwa 15 Minuten aufgenommen.

Bei allen drei Rekonstruktionen liegen die Spektren im Bereich der Schichtdickenoszillationen und für Energien oberhalb von 4 eV deckungsgleich übereinander. Für die C-reiche Oberfläche der c(2x2)-Rekonstruktion läßt sich diese Aussage auf das gesamte Spektrum erweitern. Bei den Si-reichen Oberflächen der (2x1)- und der (3x2)-Rekonstruktion treten jedoch vor allem im Bereich zwischen 3 eV und 4 eV Unterschiede auf. Besonders deutlich ist dies bei der Si-reichsten Rekonstruktion des 3C-SiC sichtbar. Daraus läßt sich schlußfolgern, daß die c(2x2)-rekonstruierte Oberfläche chemisch stabil ist. Die anderen beiden Rekonstruktionen sind weitaus weniger stabil. Diese Ergebnisse stimmen mit den aus der Literatur bekannten Fakten überein [72].

5.3.2 Langzeitstabilität der c(2x2)-Rekonstruktion

Weiterhin wurden Untersuchungen zur Langzeitstabilität der c(2x2)-Rekonstruktion durchgeführt. In Abbildung 5.19 sind die entsprechenden Spektren für die neu präparierte Oberfläche und für dieselbe Oberfläche sowohl 8 Stunden als auch 7 Tage nach der Präparation dargestellt. Die Spektren unterscheiden sich deutlich voneinander. Nach Abzug des anhand des Einsatzes der Schichtdickenoszillationen geschätzten Untergrundes, ist erkennbar, daß

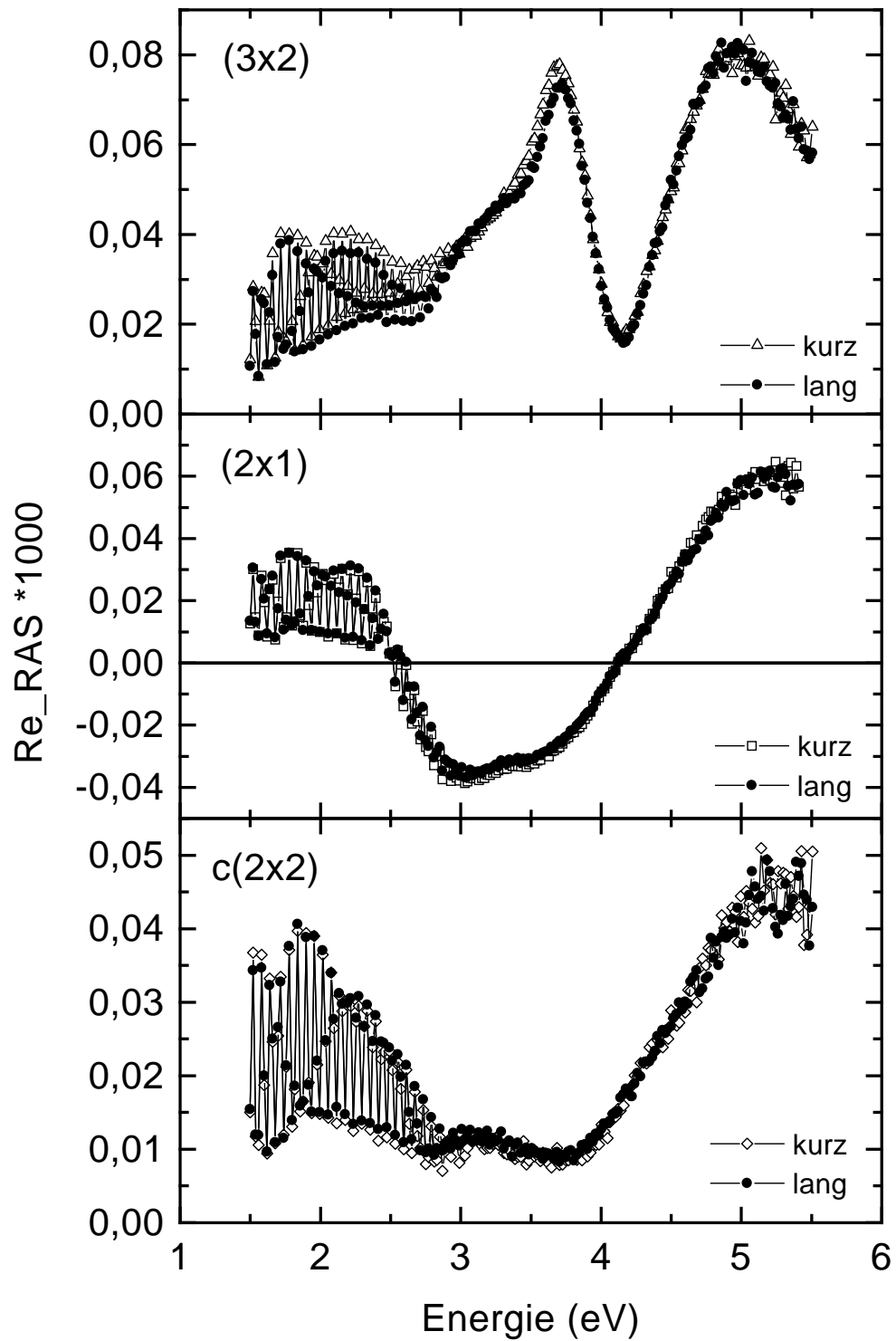


Abbildung 5.18: Bestimmung der Kurzzeitstabilität der (3x2), (2x1) und c(2x2) Rekonstruktion

das für die Rekonstruktion charakteristische absolute RAS-Signal im Zeitverlauf geringer wird (vor allem zwischen 2,8 eV und 4,5 eV). Dies ist gleichbedeutend mit einem geringeren Unterschied in den beiden Reflexionskoeffizienten r_a und r_b der Probe. Die Oberfläche der Probe wird folglich durch die Verschmutzung allmählich isotrop. Innerhalb eines halben Tages ist dieser Effekt sehr deutlich, d.h. das absolute RAS-Signal verringerte sich zwischen 2,8 eV und 4 eV um bis zu 25%

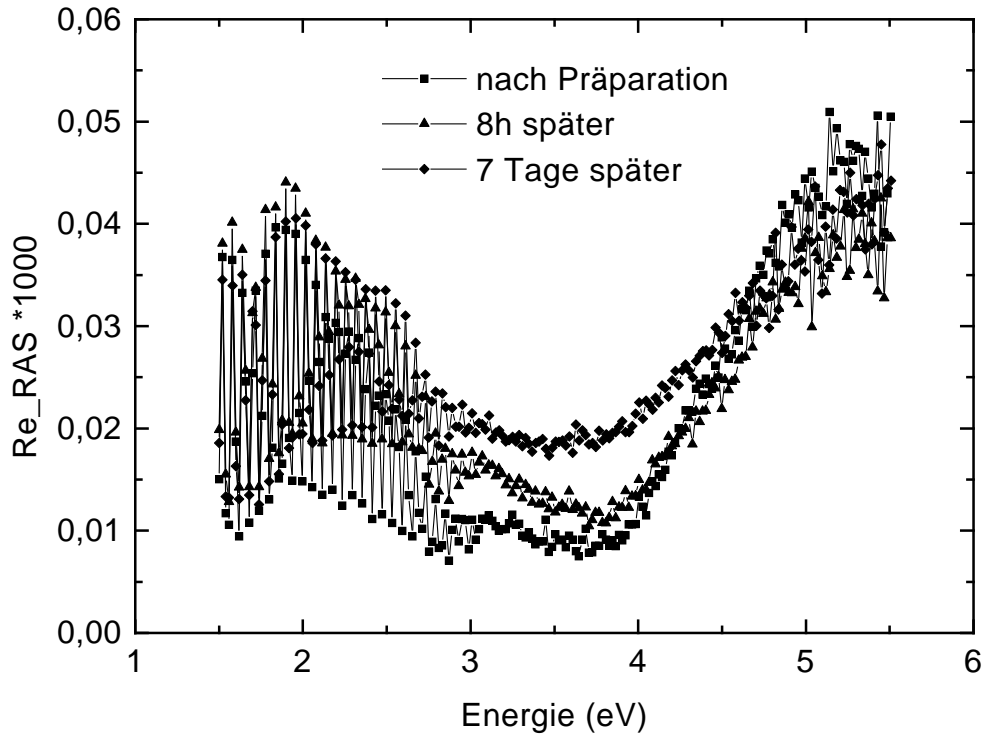


Abbildung 5.19: Zeitabhängigkeit der RAS-Spektren der c(2x2)-Rekonstruktion

Desweiteren wurden Messungen zum Einfluß von Ti durchgeführt. Ti wird manchmal zwischen den verschiedenen Präparationsschritten aus der Ti-Sublimationspumpe verdampft, um einen möglichst niedrigen Druck in der UHV-Kammer zu gewährleisten. Deshalb sollte getestet werden, ob sich durch das verdampfte Ti die RAS-Spektren signifikant verändern. Die zugehörigen Spektren zeigt Abbildung 5.20. Daraus ist erkennbar, daß das Ti die Reflexionseigenschaften der Probe nicht beeinflusst, d.h. die Reflexionsanisotropie bleibt gleich.

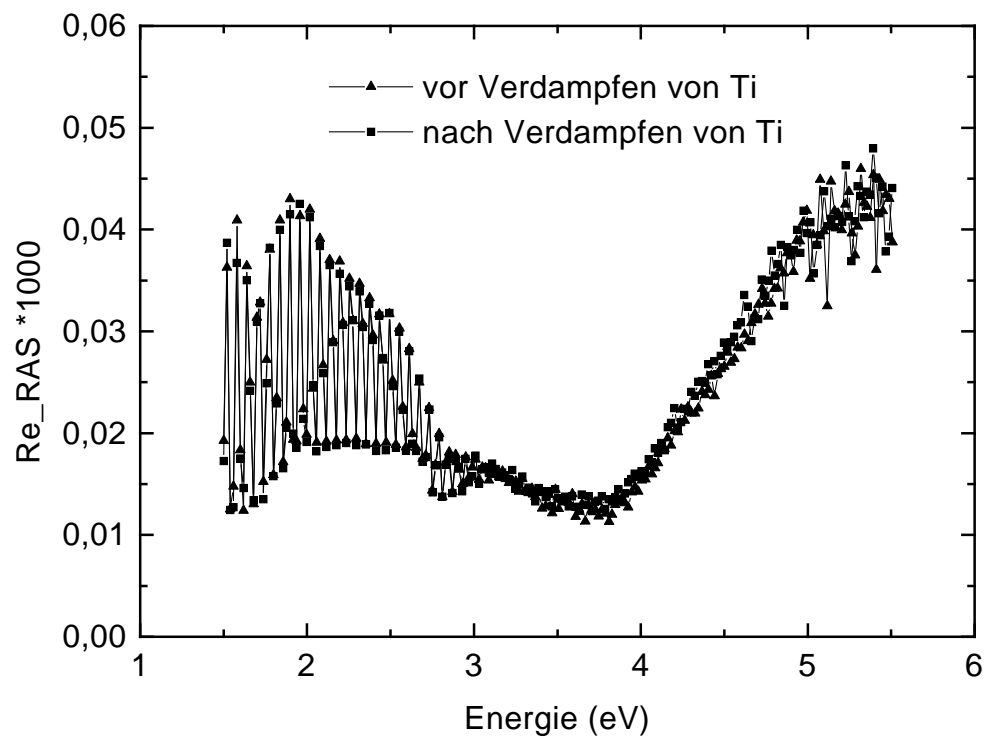


Abbildung 5.20: Einfluß des Verdampfens von Ti

Kapitel 6

Zusammenfassung und Ausblick

Mit der vorliegenden Arbeit wurden zum ersten Mal winkelaufgelöste Photoemissionsuntersuchungen und Messungen der Reflexionsanisotropie am kubischen SiC durchgeführt.

Durch die Anwendung der direkten Heizung gelang es, eine Präparationsmethode zu finden, die eine homogene Präparation der 3C-SiC(001)-Proben ermöglichte. Bei den präparativen Experimenten an den Proben des Cree-Wafers konnten fünf verschiedene Rekonstruktionen, die (3x2)-, die (5x2)-, die c(4x2)-, die (2x1)- und die c(2x2)-Rekonstruktion erzielt werden. Die Verwendung der vorinstallierten Elektronenstoßheizung erwies sich als ungeeignet für die Präparation. Es konnte damit keine der Rekonstruktionen des 3C-SiC(001) erzeugt werden, da auf der Probe die entsprechend hohen Temperaturen nicht erreicht werden konnten. Somit war es nicht möglich, den Oberflächensauerstoff vollständig von der Oberfläche zu desorbieren.

Die drei Hauptrekonstruktionen des 3C-SiC(001) - (3x2), (2x1), c(2x2) - wurden sowohl mit ARUPS als auch mit RAS an p-dotiertem Material untersucht. Für die (3x2)-Rekonstruktion wurden sowohl in $\overline{\Gamma}\text{H}$ - als auch in $\overline{\Gamma}_1\overline{\Gamma}'_2$ -Richtung ARUPS-Spektren aufgenommen. Für die beiden anderen Rekonstruktionen konnten jeweils nur in einer Richtung, und zwar für die (2x1)-Rekonstruktion in der $\overline{\Gamma}\text{J}'$ -Richtung und für die c(2x2)-Rekonstruktion in der $\overline{\Gamma}\text{S}'$ -Richtung, Spektren gewonnen werden. Aus den gewonnenen Spektren wurden anschließend für die genannten Rekonstruktionen die zugehörigen Oberflächenbandstrukturen ermittelt. Für die (3x2)-Rekonstruktion konnten sowohl Oberflächenresonanzen als auch Oberflächenzustände identifiziert werden. Die (2x1)-Rekonstruktion lieferte aufgrund der stark verrauschten Spektren nur vorläufige Ergebnisse. Diese bedürfen unbedingt einer Bestätigung. Im Rahmen dieser Messungen konnten für die (2x1)-Rekonstruktion keine Oberflächenzustände sondern lediglich Oberflächenresonanzen gefunden werden. Für die c(2x2)-Rekonstruktion waren ebenfalls keine eindeutigen Oberflächenzustände nachweisbar. Dies befindet sich jedoch in Übereinstimmung mit den aus der Literatur bekannten Daten. Um die Lage des Valenzbandmaximums exakt festlegen zu können, sind weitere Untersuchungen z.B. mit SXPS erforderlich. Sobald dazu gesicherte Kenntnisse vorliegen, können die sich aus den ARUPS-Spektren ergebenden Strukturen besser Oberflächenresonanzen oder Oberflächenzuständen zugeordnet werden.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte die RAS-Anlage erfolgreich an die ARUPS-Kammer angepaßt werden. Dadurch gelang es erstmalig, RAS-Spektren von verschiedenen Oberflächenrekonstruktionen des 3C-SiC(001) aufzunehmen. Die Spektren zu den einzelnen

Rekonstruktionen unterscheiden sich deutlich voneinander. Besonders auffallend ist die Ähnlichkeit des RAS-Spektrums für die (3x2)-Rekonstruktion mit dem RAS-Spektrum für die c(4x4)-Rekonstruktion von GaAs(001).

Aufgrund der momentan noch sehr geringen Erkenntnisse zur Interpretation der RAS-Spektren an 3C-SiC konnten keine Korrelationsbetrachtungen mit den Ergebnissen der winkelaufgelösten Photoelektronenspektroskopie durchgeführt werden. Diese und die Reproduktion der gefundenen Resultate sollten Ziel von fortführenden Untersuchungen sein.

Anhang A

Präparationsparameter beim Tempern im Si-Fluß

Literatur	Reinigen	1. Schritt	2. Schritt
[16]	2 min bei 850°C + Si (1×1)	2 min bei 850°C + Si (2×1), streifig	2 min bei 850°C (2×1)
[33]	bei 960°C + Si (3×2)	bei 1150°C (2×1)	–
[19]	10 min bei 900-1050°C + Si (3×2) oder (2×1)	Temp. erniedr. + Si Si-reiche Oberfläche	1 min bei 950-1300°C alle ableitbaren Rek. durch Si-Desorption
[8]	bei 900°C + Si	10 min bei 975°C + Si (2×1)	–
[21]	3 min bei 850°C + Si (3×2)	bei 880°C + Si (2×1)	–
[23]	bei 850°C + Si	850-1000°C + Si alle Rek.	–
[28]	bei 850-1000°C + Si „(3×1)“=(3×2)	bei 960-1070°C c(4×2)	bei 1080-1160°C c(2×2)
[5]	bei 900°C + Si 3,5 min: (3×2) 1,5 min: (2×1)	4 min bei 1065°C (5×2)	bei 1065°C 2 min: c(4×2)→(2×1) 8 min: c(2×2)

Anhang B

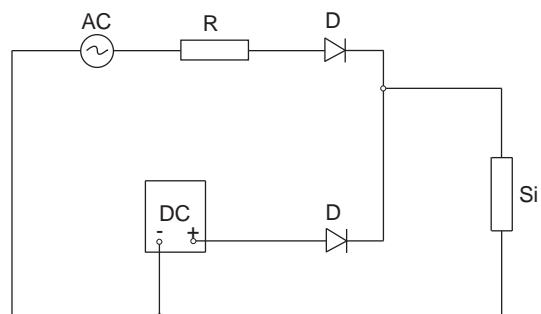
3C-SiC(001)-Wafer

Allgemein	Hersteller Wafer-Nr. Durchmesser	Hoya NSQ 45 6 inches	Cree 94061405 B 3-4 30,2 mm
Schicht	Material	3C-SiC (001)	3C-SiC (001)
	Dicke	382 nm (+/- 1,5 %)	Epi 1: 2 μm (auf Substrat) Epi 2: 3 μm (zuoberst)
	Rauhigkeit	< 3 nm Ra	
	Spez. Widerstand	0,02...0,12 Ωcm	
	Dotierung	n (wie gewachsen)	Epi 1: n Epi 2: p
	Lad.-trägerdichte	$> 6,5 \cdot 10^{16} / \text{cm}^3$	Epi 1: $2,5 \cdot 10^{16} / \text{cm}^3$ Epi 2: $6,9 \cdot 10^{16} / \text{cm}^3$
	Lad.-trägerbewegl.	$< 400 \text{ cm}^2/\text{V/s}$	
Substrat	Material	Si (001) 4° off	Si (001) 3,5° off
	Dicke	625 μm	$\approx 0,14$ inches
	Dotierung	unbekannt	n
	Spez. Widerstand	$> 1000 \Omega\text{cm}$	0,005 Ωcm

Anhang C

Beschaltung der Si-Quelle

Der Schaltplan für die Si-Quelle beinhaltet zwei Kreise. Der obere Strang wird zum Zünden des Si benötigt. Der untere Strang dient zum Verdampfen des Si.



AC...Wechselspannungsquelle

DC...Gleichspannungsquelle (32 V, 16 A)

R.....Widerstand

D.....Diode

Si....reines Siliziumstück

Literaturverzeichnis

- [1] W.J. Choyke and G. Pensl
MRS Bulletin 22 (3), 25 (1997)
- [2] J.A. Powell, L.G. Matus
Springer Proceedings in Physics 34, 2
- [3] J.F.A. Nijs: *Advanced Silicon & Semiconducting Silicon-Alloy Based Materials & Devices*
Institut of Physics Publishing Bristol and Philadelphia
- [4] D.J. Larkin
MRS Bulletin 22 (3), 36 (1997)
- [5] S. Hara, W.F.J. Slijkerman, J.F. van der Veen, I. Ohdomari, S. Misawa, E. Sakuma, S. Yoshida
Surf. Sci. Lett. 231, L196 (1990)
- [6] S. Hara, S. Misawa, S. Yoshida, Y. Aoyagi
Phys. Rev. B50 (7), 4548 (1994)
- [7] M. Dayan
J. Vac. Sci. Technol. A4 (1), 38 (1986)
- [8] J.M. Powers, A. Wander, M.A. Van Hove, G.A. Somorjai
Surf. Sci. Lett. 260, L7 (1992)
- [9] J.M. Powers, A. Wander, P.J. Rous, M.A. Van Hove, G.A. Somorjai
Phys. Rev. B44 (20), 11159 (1991)
- [10] M. Sabisch, P. Krüger, A. Mazur, M. Rohlfing, J. Pollmann
Phys. Rev. B53 (19), 13124 (1996)
- [11] P. Käckel, J. Furthmüller, F. Bechstedt
Surf. Sci. 352-254, 55 (1996)
- [12] H. Yan, A.P. Smith, H. Jónsson
Surf. Sci. 330, 265 (1995)
- [13] H. Yan, X. Hu, H. Jónsson
Surf. Sci. 316, 181 (1994)
- [14] B.I. Craig, P.V. Smith
Surf. Sci. 233, 255 (1990)

- [15] S.P. Mehandru, A.B. Anderson
Phys. Rev. B42, 9040 (1990)
- [16] R. Kaplan
Surf. Sci. 215, 111 (1989)
- [17] V.M. Bermudez, R. Kaplan
Phys. Rev. B44 (20), 11149 (1991)
- [18] P. Badziag
Phys. Rev. B44 (20), 11143 (1991)
- [19] T.M. Parrill, Y.W. Chung
Surf. Sci. 243, 96 (1991)
- [20] J.J. Bellina, Jr., J. Ferrante, M.V. Zeller
J. Vac. Sci. Technol. A4 (3), 1692 (1986)
- [21] O. Janzen, V. van Elsbergen, W. Mönch
ICPS 1996
- [22] V.M. Bermudez
Appl. Surf. Sci. 84, 45 (1995)
- [23] V. van Elsbergen, O. Janzen, W. Mönch
Mat. Sci. Eng. B46 (1-3), 366 (1997)
- [24] K. Gebhardt: *Untersuchungen von Struktur und Bindung an Siliziumkarbid-Oberflächen mittels elektronenspektroskopischer Methoden*
Diplomarbeit, Friedrich-Schiller-Universität Jena 1996
- [25] U. Starke, Ch. Bram, P.-R. Steiner, W. Hartner, L. Hammer, K. Heinz, K. Müller
Appl. Surf. Sci. 89, 175 (1995)
- [26] D.R. Wheeler, S.V. Pepper
Surf. Interf. Anal. 10, 153 (1987)
- [27] R. Kaplan, T.M. Parrill
Surf. Sci. 165, L45 (1986)
- [28] T.M. Parrill, V.M. Bermudez
Solid State Comm. 63 (3), 231 (1987)
- [29] J.J. Bellina, Jr., M.V. Zeller
Appl. Surf. Sci. 25, 380 (1986)
- [30] F. Boszo, L. Muehlhoff, M. Trenary, W.J. Choyke, J.T. Yates, Jr.
J. Vac. Sci. Technol. A2 (3), 1271 (1984)
- [31] V.M. Bermudez
Surf. Sci. 276, 59 (1992)

- [32] T. Balster: *Untersuchung der Oberflächenmodifikation von SiC(100) mittels Beugung langsamer Elektronen, Photo- und Augerelektronenspektroskopie*
Diplomarbeit, Universität Kassel 1995
- [33] V.M. Bermudez, J.P. Long
Appl. Phys. Lett. 66 (4), 475 (1995)
- [34] T. Yoshinobu, I. Izumikawa, H. Mitsui, T. Fuyuki, H. Matsunami
Appl. Phys. Lett. 59 (22), 2844 (1991)
- [35] L. Patrick, W.J. Choyke
Phys. Rev. 186 (3), 775 (1969)
- [36] A. Solangi, M.I. Chaudhry
J. Mater. Res. 7 (3), 539 (1992)
- [37] M.P. Seah, W.A. Dench
Surf. Interf. Anal. 1 (1), 2 (1979)
- [38] D. Briggs, M.P. Seah: *Practical Surface Analysis*, 2nd edition,
Vol.1: Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy
John Wiley & Sons 1990
- [39] Bergmann, Schaefer: *Lehrbuch der Experimentalphysik: Band 6 – Festkörper*
de Gruyter 1992
- [40] H. Hertz
Ann. Phys. 31, 983 (1887)
- [41] A. Einstein
Ann. Phys. 17, 132 (1905)
- [42] A. Märkl: *Capping von epitaktischen Ga₂Se₃-Schichten*
Diplomarbeit, Technische Universität Berlin 1994
- [43] C.N. Berglund, W.E. Spicer
Phys. Rev. A136, 1044 (1964)
- [44] T. Schröter: *Chemisorption von Se auf (110)-Oberflächen von III-V-Halbleitern*
Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
- [45] D.E. Aspnes
J. Vac. Sci. Technol. B3 (5), 1498 (1985)
- [46] S.M. Koch, O. Archer, F. Omnes, M. Defour, M. Razeghi, B. Drevillon
J. Appl. Phys. 68 (7), 3364 (1990)
- [47] S.M. Koch, O. Archer, F. Omnes, M. Defour, B. Drevillon, M. Razeghi
J. Appl. Phys. 69 (3), 1389 (1991)
- [48] V.L. Berkovitz, I.V. Makarenko, T.A. Minashvili, V.I. Safarov
Solid State Comm. 56 (5), 449 (1985)

- [49] R.M.A. Azzam
J. Optics (Paris) 12 (5), 317 (1981)
- [50] M. Cardona, F.H. Pollak, K.L. Shaklee
J. Phys. Soc. Jap. 21 suppl., 89 (1966)
- [51] T. Yasuda, D.E. Aspnes, D.R. Lee, C.H. Bjorkman, G. Lucovsky
J. Vac. Sci. Technol. A12 (4), 1152 (1994)
- [52] I. Kamiya, D.E. Aspnes, L.T. Florez, J.P. Harbison
Phys. Rev. B46 (24), 15894 (1992)
- [53] W. Richter, J.-T. Zettler
Appl. Surf. Sci. 100/101, 465 (1996)
- [54] W. Dietrich: *Reflexionsanisotropie-Spektroskopie (RAS) an $III_2 - VI_3$ -Halbleitern*
Diplomarbeit, Technische Universität Chemnitz-Zwickau 1994
- [55] L.D. Landau, E.M. Lifschitz: *Elektrodynamik der Kontinua*
Lehrbuch der Theoretischen Physik VIII, Akademie-Verlag Berlin 1990
- [56] D.E. Aspnes, J.P. Harbison, A.A. Studna, L.T. Florez
Appl. Phys. Lett. Vol. 52 (12), 957 (1988)
- [57] K.C. Rose: *Aufbau und Justage eines Probentisches*
Studienarbeit, Technische Universität Berlin 1992
- [58] R.M.A. Azzam, N.M. Bashara: *Ellipsometry And Polarized Light*
North-Holland Publishing Company, Amsterdam - New York - Oxford 1977
- [59] C.J. Davisson, L.H. Germer
Phys. Rev. 30, 705 (1927)
- [60] O. Brümmer, J. Heydenreich, K.H. Krebs, H.G. Schneider: *Festkörperanalyse mit Elektronen, Ionen und Röntgenstrahlen*
VEB Deutscher Verlag der Wissenschaft Berlin 1980
- [61] M.A. van Hove, S.Y. Tong *Surface Crystallography by LEED*
Springer Series in Chemical Physics 2, Springer Verlag Berlin-Heidelberg-New York 1979
- [62] P.J. Rous, M.A. van Hove, G.A. Somorjai
Surf. Sci. 226, 15 (1990)
- [63] H. Kuzmany: *Festkörperspektroskopie*
Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York 1990
- [64] J. Haase: *Photoemissionsspektroskopie und Kelvin-Messungen an adsorbatbedeckten (110)-Oberflächen von GaAs*
Diplomarbeit, Institut für Experimentalphysik der Christian-Albrechts-Universität Kiel 1996

- [65] K. Gottfried, J. Kriz, T. Werninghaus, M. Thümer, Ch. Kaufmann, D.R.T. Zahn, T. Geßner
Mat. Sci. Eng. B46, 171 (1997)
- [66] L.A. Hemstreet, C.Y. Fong: *Silicon Carbide - 1973*
R.C. Marshall, J.W. Faust, C.E. Ryan eds., Univ. of South Carolina Press, Columbia, S.C. 1974
- [67] R. Dalven
J. Phys. Chem. Solids 26, 439 (1965)
- [68] P. Käckel, J. Furthmüller, F. Bechstedt, G. Kresse, J. Hafner
Phys. Rev. B54, No.15, 10304 (1996)
- [69] F.S. Tautz, S. Sloboshanin, S. Hohenecker, D.R.T. Zahn, J.A. Schäfer
Appl. Surf. Sci. submitted
- [70] Y. Li, P.J. Lin-Chung
Phys. Rev. B36 (2), 1130 (1987)
- [71] A.R. Lubinsky, D.E. Ellis, G.S. Painter
Phys. Rev. B11 (4), 1537 (1976)
- [72] V.M. Bermudez
J. Appl. Phys. 66 (12), 6084 (1989)
- [73] M.L. Shek, K.E. Miyano, Q.-Y. Dong, T.A. Callcott, D.L. Ederer
J. Vac. Sci. Technol. A12 (4), 1079 (1994)
- [74] F. Semond, P. Soukiassian, P.S. Mangat, L. di Cioccio
J. Vac. Sci. Technol. B13 (4), 1591 (1995)

Selbstständigkeitserklärung

Ich versichere, daß ich die vorliegende Diplomarbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Chemnitz, den 15. Oktober 1997

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich jedem, der zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen und mich während der Bearbeitungsphase unterstützt hat, meinen herzlichen Dank aussprechen.

Diese Diplomarbeit wurde am Lehrstuhl Halbleiterphysik des Instituts für Physik an der Technischen Universität Chemnitz unter Leitung von Prof. Dr. D. R. T. Zahn angefertigt. Ich möchte Herrn Prof. Dr. D. R. T. Zahn für die Bereitstellung dieser interessanten Aufgabenstellung und die fachlichen Hinweise und Hilfestellungen danken.

Mein Dank gilt dem Koreferenten für die freundliche Übernahme des Koreferates.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dipl. Phys. M. Lübbe und Herrn Dipl. Phys. S. Hohen-ecker für die Unterstützung während der Experimente und die zahlreichen fruchtbaren Diskussionen zur Winkelaufgelösten Photoelektronenspektroskopie.

Ebenso möchte ich allen Mitarbeitern für die angenehme Arbeitsatmosphäre danken.

Weiterhin danke ich Herrn Dr. U. Rossow für die experimentelle Unterstützung und die hilfreichen Diskussionen zu Fragen der Reflexionsanisotropiespektroskopie.

Den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt des Institutes für Physik um Herrn S. Arnold gilt ebenfalls mein Dank für die sorgfältige Bearbeitung der zahlreichen Aufträge und für die Ermöglichung einiger kurzfristiger Aufträge.

Zum Abschluß möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, da sie mir durch ihre fortwährende Unterstützung das Studium der Physik erst ermöglicht haben.

Meinem Freund Thomas danke ich für sein Verständnis und die zahlreichen aufmunternden Worte, die für das Zustandekommen dieser Arbeit sehr wichtig waren.